



LAPORAN TUGAS AKHIR - TL141584

**ANALISIS PENGARUH TEMPERATUR HIDROTERMAL
TERHADAP SIFAT KAPASITIF SUPERKAPASITOR
BERBAHAN *GRAPHENE***

WILLY VON ALLEN BERUTU
NRP. 2712 100 058

DOSEN PEMBIMBING
Diah Susanti, S.T.,M.T.,Ph.D.
Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si.

**JURUSAN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2016**



FINAL PROJECT - TL141584

**ANALYSIS OF HIDROTHERMAL TEMPERATURE EFFECT
ON CAPACITIVE PROPERTIES GRAPHENE BASED
SUPERCAPACITOR**

WILLY VON ALLEN BERUTU
NRP. 2712 100 058

SUPERVISOR
Diah Susanti, S.T.,M.T.,Ph.D.
Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si.

**MATERIALS AND METALLURGICALS ENGINEERING
Faculty of Industrial Technology
Sepuluh Nopember Institut of Technology
Surabaya
2016**

**ANALISA PENGARUH TEMPERATUR
HIDROTERMAL TERHADAP SIFAT KAPASITIF
SUPERKAPASITOR BERBAHAN *GRAPHENE***

TUGAS AKHIR

Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat
Memperoleh Gelar Sarjana Teknik
Pada

Bidang Studi Material Inovatif
Program Studi S1 Jurusan Teknik Material dan Metalurgi
Fakultas Teknologi Industri

Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh :

Willy Von Allen Berutu

NRP. 2712 100 058

Disetujui Oleh Tim Pembimbing Tugas Akhir :

1. Diah Susanti S.T., M.T., Ph.D (Pembimbing I)
2. Hariyati Purvaningsih, S.Si, .M Si (Pembimbing II)



ANALISIS PENGARUH TEMPERATUR HIDROTHERMAL TERHADAP SIFAT KAPASITIF SUPERKAPASITOR BERBAHAN *GRAPHENE*

Nama : Willy Von Allen Berutu
NRP : 2712100058
Jurusan : Teknik Material dan Metalurgi,
Pembimbing : Diah Susanti S.T., M.T., Ph.D.
Co-Pembimbing : Hariyati Purwaningsih S.Si, M.Si.

Abstrak

Graphene merupakan material yang memiliki kristal tersusun dari lembaran bidang karbon berbentuk heksagonal. *Graphene* dapat dimanfaatkan sebagai bahan pembuatan superkapasitor. Superkapasitor merupakan piranti yang dapat menyimpan energi dan memberi energi.. *Graphene* merupakan material yang sangat sesuai dan dapat diaplikasikan sebagai elektroda superkapasitor. Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis pengaruh temperatur hidrotermal (190°C, 200°C, dan 210°C) terhadap sifat kapasitif superkapasitor berbahan *graphene*. Penelitian dimulai dengan mengoksidasi grafit menjadi grafit oksida dengan metode Hummer. Setelah grafit oksida disintesis maka dilanjutkan dengan mereduksi grafit oksida menjadi *graphene*. Karakterisasi material menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscope* (SEM). Menentukan konduktifitas menggunakan *Four Point Probes* (FPP). Menggunakan *Cyclic Voltammetry* (CV) untuk menentukan kapasitansi relatif elektroda dengan mendepositkan *graphene* ke dalam *nickel foam* dengan menggunakan elektrolit Na₂SO₄.

Kata kunci : *Graphene*, Superkapasitor, Metode Hummer

ANALYSIS OF HIDROTHERMAL TEMPERATURE EFFECT ON CAPACITIVE PROPERTIES ON GRAPHENE BASED SUPERCAPACITOR

Name : Willy Von Allen Berutu
NRP : 2712100058
Department : Materials and Metallurgical
Engineering
Supervisor : Diah Susanti S.T., M.T., Ph.D.
Co-Supervisor : Hariyati Purwaningsih S.Si, M.Si.

Abstract

Graphene is a material that has a crystal composed of hexagonal sheets of carbon field. Graphene can be used as materials for supercapacitors. Supercapacitor is a device that can store energy and provide energy. Graphene is a material that is very appropriate and applicable as supercapacitor electrodes. This study aimed to analyze the influence of hydrothermal temperatures (190°C, 200°C and 210°C) of the capacitive properties of graphene-based supercapacitors. The research begins by oxidizing graphite into graphite oxide with Hummer method. After the graphite oxide synthesized then followed by the reduction of graphite oxide to graphene. Material characterization using X-Ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscope (SEM). Determining conductivity using the Four Point Probes (FPP). Using Cyclic voltammetry (CV) to determine relative capacitance electrode by depositing graphene into nickel foam using Na₂SO₄ electrolyte.

Keywords: Graphene, supercapacitor, Hummer Methods

KATA PENGANTAR

Puji Tuhan atas segala limpahan rahmat dan karunia-Nya penulis mampu menyelesaikan Tugas Akhir ini dengan judul: **“Analisis Pengaruh Temperatur Hidrotermal Terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan Graphene”** untuk memenuhi syarat memperoleh gelar Sarjana Teknik (S.T.) Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, Fakultas Teknologi Industri, ITS, Surabaya.

Penulis menyadari bahwa dengan bantuan banyak pihak, tugas akhir ini dapat terlaksana dengan baik. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Ibu, Bapak dan keluarga atas segala doa, dukungan dan pengertian yang telah diberikan selama ini.
2. Ibu Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D. selaku dosen pembimbing tugas akhir,
3. Ibu Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si. selaku dosen co-pembimbing tugas akhir dan dosen wali penulis.
4. Bapak Agung Purniawan, ST., M.Eng. Ph.D. selaku Ketua Jurusan Teknik Material dan Metalurgi ITS.
5. Tim penguji seminar dan sidang tugas akhir
6. Teman-teman angkatan 2012 dan anggota Laboratorium Kimia Material
7. Seluruh dosen dan karyawan Jurusan Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS.

Penyusun menyadari bahwa penyusunan laporan tugas akhir ini masih jauh dari sempurna. Untuk itu saran dan kritik yang membangun kepada penulis diharapkan. Selanjutnya semoga tulisan ini dapat selalu bermanfaat.

Surabaya, Januari 2016

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
LEMBAR PENGESAHAN.....	v
ABSTRAK.....	vii
KATA PENGANTAR	xi
DAFTAR ISI	xiii
DAFTAR GAMBAR	xv
DAFTAR TABEL	xvii
.....	
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2. Perumusan Masalah.....	2
1.3. Batasan Masalah	2
1.4. Tujuan Penelitian	2
1.5. Manfaat Penelitian	3
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1. Grafit Oksida.....	5
2.2. Graphene.....	6
2.3. Sintesis Graphene.....	8
2.3.1. Oksidasi Grafit.....	8
2.3.2. Reduksi Grafit Oksida	11
2.4. Kapasitor.....	13
2.5. Electical Double Layer Capacitor (EDLC).....	14
2.6. Superkapasitor <i>Graphene</i>	20
2.7. Metode Hidrotermal	22
2.8. Penelitian-penelitian yang Telah Dilakukan.....	24
BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	25
3.1. Bahan.....	25
3.2. Alat	25
3.3. Digram Alir Penelitian.....	27
3.3.1. Sintesis Grafit Oksida	27
3.3.2. Sintesis <i>Graphene</i>	28
3.3.3. Pembuatan Elektroda	29

3.3.4. Pengujian	30
3.4. Metode Penelitian.....	30
3.4.1. Sintesis Grafit Oksida	30
3.4.2. Sintesis <i>Graphene</i>	32
3.4.3. Pembuatan Elektroda	33
3.5. Pengujian	34
3.5.1. <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	34
3.5.2. <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM)	35
3.5.3. <i>Cyclic Voltammetry</i> (CV)	36
3.5.4. <i>Four Point Probe</i> (FPP)	37
3.6. Rancangan Penelitian	40
3.7. Jadwal Kegiatan	40
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	43
4.1. Pengujian <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	43
4.2. Pengujian <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM)	47
4.3. Pengujian <i>Four Point Probe</i> (FPP)	53
4.4. Pengujian <i>Cyclic Voltammetry</i> (CV)	54
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	61
5.1 Kesimpulan	61
5.2 Saran	61
DAFTAR PUSTAKA	xix
LAMPIRAN	
UCAPAN TERIMA KASIH	
BIODATA PENULIS	

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1 Model struktur grafit oksida	5
Gambar 2. 2 Hasil SEM <i>graphene</i>	7
Gambar 2. 3 Pola XRD pada grafit, grafit oksida, dan <i>graphene</i> ..	8
Gambar 2. 4 Proses reduksi gugus oksigen pada grafit oksida ...	13
Gambar 2. 5 Sketsa plot Ragone untuk beberapa alat penyimpan dan pengkonversi energi	15
Gambar 2. 6 (a) Skema EDLC berbasis karbon aktif (b) Representasi pori lapisan aktif elektroda karbon	17
Gambar 2. 7 Skema proses <i>charging</i> dan <i>discharging</i> pada EDLC	18
Gambar 2. 8 Tipe kurva CV dari berbagai jenis superkapasitor	21
Gambar 2. 9 Autoclave untuk proses hidrotermal	23
Gambar 3. 1 Diagram alir sintesis grafit oksida	27
Gambar 3. 2 Digram alir sintesis <i>graphene</i> dari grafit oksida.....	28
Gambar 3. 3 Diagram alir pembuatan elektroda	29
Gambar 3. 4 Diagram alir pengujian	30
Gambar 3. 5 Proses stirring pada temperatur <i>icebath</i>	31
Gambar 3. 6 <i>Nickel foam</i> (a) sebelum (b) sesudah di depositkan <i>graphene menjadi elektroda</i>	34
Gambar 3. 7 (a) Instrumen XRD PANalytical (b) Pola difraksi sinar x	34
Gambar 3. 8 (a) Skema kerja SEM dan (b) SEM Inspect S50	36
Gambar 3. 9 (a) Alat AUTOLAB PG STAT 302 METROHM untuk pengujian CV (b) <i>set up</i> tiga elektroda	37
Gambar 3. 10 (a) Pengujian FPP (a) skema rangkaian.....	39
Gambar 4. 1 Pola XRD dari grafit, grafit oksida, graphene	43
Gambar 4. 2 grafik XRD variasi temperatur hidrotermal 190, 200, dan 210°C	46
Gambar 4. 3 Morfologi Hasil SEM (a) Grafit (b) Grafit Oksida (c) Graphene Perbesaran 5000x	48
Gambar 4. 4 Perbandingan morfologi graphene SEM dengan temperatur hidrotermal (a)190, (b)200, dan (c)210°C perbesaran 500x	49

Gambar 4. 5 Perbandingan SEM morfologi graphene dengan temperatur hidrotermal (a)190, (b)200, dan (c)210°C	50
Gambar 4. 6 Hasil SEM dari nickel foam (a) perbesaran 75x (b) perbesaran 500x.....	51
Gambar 4. 7 Hasil SEM image graphene yang didepositkan ke dalam nickel foam variasi temperatur (a-b) 190 °C (c-d) 200 °C (e-f) 200°C	53
Gambar 4. 8 Kurva Potential (V) vs Specific Capacitance (F/g) Temperatur Hidrotermal (a)190°C (b) 200°C (c) 210°C	55
Gambar 4. 9 Pengaruh scan rate terhadap nilai kapasitansi elektroda uji	59

DAFTAR TABEL

Tabel 2. 1 Perbandingan metode oksidasi grafit	9
Tabel 2. 2 Perbandingan pengaruh metode reduksi GO	11
Tabel 2. 3 Perbandingan parametrik antara EDLC berbasis karbon aktif komersial dan baterai Li-ion.....	16
Tabel 2. 4 Perbandingan nilai kapasitansi dari superkapasitor <i>graphene</i> berdasarkan penelitian sebelumnya	33
Tabel 3. 1 Rancangan Penelitian.....	40
Tabel 3. 2 Jadwal Kegiatan	40
Tabel 4. 1 Perhitungan jarak antar layer grafit, grafit oksida, dan <i>graphene</i>	45
Tabel 4. 5 Nilai konduktifitas sampel <i>graphene</i> hasil pengujian FPP	54
Tabel 4. 6 Nilai kapasitansi ke tiga elektroda <i>graphene</i> -nickel foam dengan scan rate yang berbeda-beda	57

BAB I PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang Masalah

Pada era serba digital ini, manusia tentu tidak akan lepas dari teknologi seperti barang-barang elektronik. Bergerak dari ketergantungan akan barang-barang berbasis elektronik ini, manusia, khususnya ilmuwan material diharapkan untuk mampu menghasilkan material yang kecil (nano), ringan, dan portable tetapi memiliki sifat elektronik dan mekanik yang baik untuk menunjang kemajuan teknologi tersebut, salah satunya yang belakangan ini menjadi perhatian adalah material *graphene*. *Graphene* adalah nama yang diberikan untuk atom karbon lapis tunggal dalam bentuk kisi dua-dimensional (2D). Material ini banyak diteliti dikarenakan memiliki sifat-sifat yang sangat baik (Geim dan Novoselov 2007).

Pada dasarnya terdapat tiga metode untuk memproduksi *graphene* : CVD, *mechanical exfoliation*, dan reduksi *graphene oxide* (GO) dengan metode Hummer. Dari metode tersebut, reduksi GO dengan cara Hummer dianggap sebagai metode sintesa yang efisien. Berdasarkan beberapa penelitian, kapasitas penyimpanan listrik dapat ditingkatkan dengan mengaplikasikan *graphene* pada material penyimpan energi.

Terdapat beberapa aplikasi *graphene* yang sangat berguna, contohnya adalah superkapasitor. Superkapasitor merupakan terobosan yang menarik dibidang energi karena piranti ini memiliki kapasitas penyimpanan yang jauh lebih besar dari kapasitor biasa, proses pengisian muatan yang cepat, serta tahan lama. Prinsip kerja dari superkapasitor ini adalah memanfaatkan bahan-bahan yang memiliki permukaan aktif sangat luas sebagai pengisi elektroda sehingga bisa meningkatkan performanya

Beberapa penelitian telah dilakukan untuk meningkatkan nilai kapasitansi superkapasitor. (Irvansyah 2015) mendapatkan nilai kapasitansi sebesar 125,87 F/gram dari *graphene* yang disintesa dengan menggunakan waktu tahan hidrotermal selama 12



Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan Graphene

jam. (Adhtiawan 2014) mendapatkan nilai kapasitansi sebesar 190,01 F/gram dari *graphene* yang disintesa dengan dengan temperatur hidrotermal 160°C selama 18 jam pada rentang potensial kerja 0 – 0.8V.

1.2. Perumusan Masalah

Masalah yang terdapat dalam penelitian ini yaitu:1.

1. Bagaimana pengaruh variasi temperatur hidrotermal terhadap sifat kapasitif superkapasitor berbahan *graphene*.

1.3. Batasan Masalah

Beberapa batasan masalah yang digunakan agar penelitian yang dilakukan lebih terarah adalah sebagai berikut:

1. Pengotor serbuk diabaikan.
2. Ukuran serbuk grafit dianggap sama.
3. Kecepatan *stirring* dari *magnetic stirrer* dianggap konstan.
4. Laju kenaikan dan penurunan temperatur dianggap konstan.
5. Temperatur saat *holding* dianggap konstan.
6. Waktu tahan dianggap akurat.
7. Temperatur dan tekanan udara sekitar dianggap konstan.

1.4. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Menganalisis pengaruh temperatur hidrotermal terhadap sifat kapasitif elektroda superkapasitor berbahan *graphene*.

Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan Graphene



1.5. Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan mampu memberi data temperatur hidrotermal yang sesuai untuk mensintesis graphene dari grafit dengan menggunakan metode *hydrothermal* sehingga dapat digunakan untuk berbagai aplikasi seperti kapasitor, *fuel cell*, serta dapat digunakan sebagai rujukan penelitian-penelitian khususnya dibidang *graphene*.



Laporan Tugas Akhir
Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal terhadap
Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan Graphene

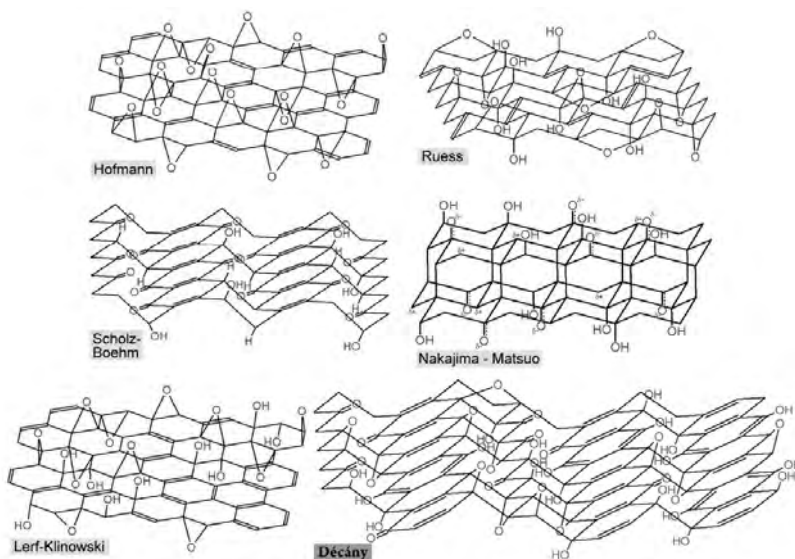
(Halaman ini Sengaja Dikosongkan)

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Grafit Oksida

Lebih dari 100 tahun sejak grafit oksida pertama kali disintesis, saat ini telah terdapat berbagai metode pembuatan grafit oksida yang disusun oleh Brodie, Staudenmaier, dan Hummer dan Offeman. Mereka menggunakan oksidator yang kuat, seperti KClO_3 , dan KMnO_4 , dengan HNO_3 . Struktur grafit oksida masih ambigu meskipun sudah cukup banyak upaya yang dilakukan seperti yang ditunjukkan pada **gambar 2.1**. Dari beberapa model struktur, yang utama antara lain model Ruess, model tipe-enol dan keto oleh Hofmann dkk, dan model Stuart dan Briegleb (Nakajima, 1986).



Gambar 2.1. Model struktur grafit oksida

Grafit oksida memiliki kelarutan tinggi dalam air karena memiliki gugus fungsi oksigen pada bidang basal dan sudut. Ultrasonikasi pada grafit oksida hidrofilik dalam air dapat



meghasilkan satu lapis *graphene* oksida (GO). Gangguan pada ikatan sp^2 struktur grafit akibat adanya atom oksigen elektonegatif menyebabkan grafit oksida bersifat isolator listrik (Basu dkk, 2012).

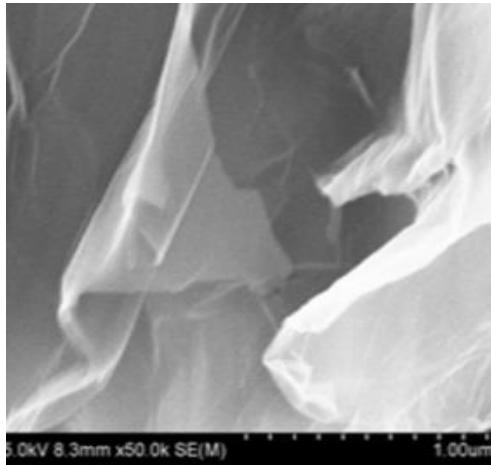
2.2 *Graphene*

Graphene adalah susunan atom karbon sp^2 dalam kerangka heksagonal serupa sarang lebah yang membentuk satu lembaran dengan ketebalan satu atom. Penemuan *graphene* secara eksperimental terjadi tahun 2004 oleh Novoselov dkk yang menggunakan *scotch tape* untuk proses fabrikasi. Setelah itu, banyak dilakukan penelitian baik untuk memodelkan berbagai sifat dari *graphene* maupun untuk membuat dan memanfaatkannya.

Hasil-hasil penelitian menyebutkan, *graphene* dengan kualitas yang baik mempunyai densitas defect yang rendah dan bersifat seperti logam dengan mobilitas tinggi serta konstan. Pada tahun 2005, Novoselov dan Geim dari Universitas Manchester mengukur mobilitas pembawa muatan *graphene* yang mencapai $15,000 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ untuk *single layer graphene* diatas silikon dioksida. Nilai ini tidak bergantung terhadap temperature antara $0^\circ - 100^\circ \text{ K}$. Selain itu Kim dkk dari Universitas Columbia juga melakukan pengukuran mobilitas pembawa muatan dengan nilai mencapai $20000 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ (Novoselov dkk. 2005). Sesuai dengan definisinya, *graphene* merupakan satu lapis atom karbon dalam kisi heksagonal dengan ketebalan tidak lebih dari 1 nm. *Graphene* didapatkan dari pengelupasan struktur grafit oksida yang telah direduksi, sehingga hanya menyisakan beberapa layer yang sangat tipis (Mei, Meng, dan Wu 2015). Morfologi *graphene* dapat dilihat pada **Gambar 2.2**. Pada Gambar tersebut tampak morfologi *graphene* yang tipis dan berkerut-kerut. Ini menunjukkan bahwa grafit oksida tadinya mempunyai banyak layer, yang kemudian mengelupas satu-persatu. Daerah yang lebih tebal merupakan morfologi dari *few layer graphene*.

Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal Terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*

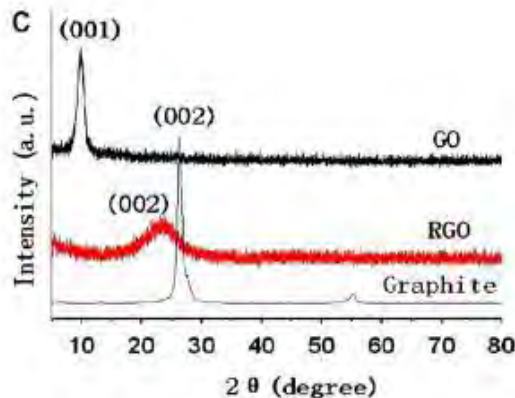


Gambar 2.2 Hasil SEM *graphene* (Mei, Meng, dan Wu, 2015)

Selain SEM, untuk menjelaskan struktur dari *graphene* dapat pula dilakukan pengujian XRD. Dengan menggunakan XRD dapat diketahui perbedaan puncak dari raw material grafit, grafit oksida, dan *graphene*. Perbedaan puncak ini mengindikasikan terjadinya perubahan struktur kristal. Grafit murni memiliki spektra pada $2\theta = 26.7^\circ$ dari puncak difraksi (002) dengan jarak antar layer 3.4 \AA . Setelah proses oksidasi, perubahan besar terjadi dengan munculnya puncak difraksi (001) yang lebar pada rentang spektra 9.8° - 11.5° yang merupakan grafit oksida. Jarak antar layer GO pada 11.5° setara dengan 7.72 \AA , yang lebih besar daripada grafit. Jarak antar layer yang membesar berhubungan dengan pembentukan gugus oksigen, *hydroxyl*, dan *carboxyl* (Wu dan Ting 2013). Untuk *graphene*, pola XRDnya menunjukkan puncak difraksi (002) yang lebar dengan spektra 23.8° dan jarak antar layer mendekati grafit. Perubahan puncak difraksi pada spektra ini menandakan GO telah tereduksi dengan baik, sehingga jarak antar layer mengecil (Ilhami



dkk, 2014). Perbedaan kurva XRD antara grafit, grafit oksida, dan *graphene* dapat dilihat pada **gambar 2.3**.



Gambar 2.3 Pola XRD pada grafit, grafit oksida, dan *graphene* (Liu, Huang, dan Wang, 2013)

2.3 Sintesis *Graphene*

Terdapat berbagai metode untuk mensintesis *graphene*. Beberapa metode yang umum antara lain *mechanical exfoliation (scotch tape)*, reduksi GO, dan *chemical vapor deposition (CVD)* di atas logam transisi. Diantara proses sintesis tersebut, metode reduksi GO merupakan metode yang disarankan untuk produksi *graphene* secara masal.

2.3.1 Oksidasi grafit

Sebelum melakukan reduksi grafit oksida, maka grafit oksida harus diproduksi melalui proses oksidasi grafit. Owen dkk (2011) merangkum sejumlah proses oksidasi yang dilakukan di dalam **tabel 2.1** oleh sejumlah peneliti diantaranya Broudie (1859), Stadenmaier (1889), dan Hummers(1958) yang mengembangkan proses oksidasi grafit

Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal Terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*



Tabel 2.1 Perbandingan metode oksidasi grafit (Owen dkk, 2010)

	Brodie	Staudenmaier	Hummer	Modifikasi Hummers	
Tahun	1859	1898	1958	1999	2004
Oksidator	KClO ₃ , HNO ₃	KClO ₃ (atau NaCl ₃), HNO ₃ , H ₂ SO ₄	NaNO ₃ , KMnO ₄ , H ₂ SO ₄	pre-oks: K ₂ S ₂ O ₈ , P ₂ O ₅ , H ₂ SO ₄ oks: KMnO ₄ , H ₂ SO ₄	NaNO ₃ , KMnO ₄ , H ₂ SO ₄
Rasio C:O	2.16	N/A	2.25	1.3	1.8
Waktu reaksi	3-4 hari	1-2 hari	≈ 2 jam	pre-oks 6 jam + oks 2 jam	≈ 5 hari
Jarak antar lebaran (Å)	5.95	6.23	6.67	6.9	8.3

Endapan grafit oksida didapatkan dari perluasan grafit melalui metode Hummers menggunakan NaNO₃, H₂SO₄, KMnO₄, dan H₂O₂. Produk hasil oksidasi dimurnikan melalui pencucian



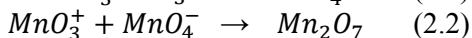
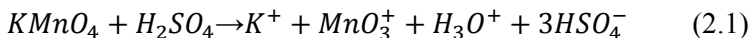
Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal Terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*

menggunakan larutan HCl 10% dan pencucian berulang dengan air *deionized* (Tien dkk, 2012).

Grafrit dicampurkan dengan H_2SO_4 pada temperatur 0 °C. Kemudian penambahan $KMnO_4$ secara bertahap dalam keadaan *di-stirring* dan temperatur campuran dijaga di bawah 10 °C. Reaksi dari campuran terus berlangsung selama 2 jam dengan temperatur di bawah 10 °C. Selanjutnya campuran *di-stirring* di temperatur 35 °C selama 20 jam, dan diencerkan dengan air *deionized* (DI). Penambahan air harus secara bertahap agar temperatur dapat dijaga di bawah 100 °C karena penambahan air ke dalam asam sulfat akan melepaskan sejumlah panas. Setelah itu ditambahkan H_2O_2 30% untuk mengurangi sisa $KMnO_4$. Campuran tersebut akan melepaskan sejumlah besar gelembung dan campurannya akan berubah warna menjadi kuning cerah. Lalu campuran dicuci dengan HCl 5% untuk menghilangkan ion-ion logam, dan diikuti pencucian dengan air DI untuk menghilangkan kandungan asam. Untuk memperoleh hasil yang berupa padatan maka campuran dikeringkan pada temperatur 60 °C selama 24 jam (Wu dkk, 2009).

Reaksi yang terjadi selama proses oksidasi adalah:



Permanganat adalah oksidan (*dihydroxylations*) berupa Mn_2O_7 . Reaksi $KMnO_4$ dengan H_2SO_4 akan membentuk minyak berwarna merah tua. Aktivasi ion MnO_4^- yang sangat reaktif hanya terjadi pada kondisi asam, sesuai dengan reaksi 2.1 dan 2.2. Perubahan ion MnO_4^- menjadi Mn_2O_7 akan membantu oksidasi grafrit, tetapi bentuk bimetal dari permanganat oksida dapat meledak jika dipanaskan melebihi temperatur 55 °C. Tromel dan Russ telah membuktikan bahwa Mn_2O_7 akan lebih reaktif terhadap oksida berikatan rangkap alifatik daripada rangkap aromatik (Dreyer, 2009).

Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal Terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*



2.3.2 Reduksi grafit oksida

Grafit oksida memiliki struktur berlapis yang sama seperti grafit, namun bidang dari atom karbon pada grafit oksida dihiasi oleh kelompok gugus oksigen, yang tidak hanya memperlebar jarak antar *layer* tetapi juga membuat lapisan atom hidrofilik. Maka lapisan teroksidasi ini dapat diperlebar jarak antar *layer*-nya dengan proses ultrasonikasi menghasilkan *graphene* oksida. *Graphene* oksida ini yang akan direduksi menjadi *graphene* dengan menghilangkan gugus fungsi oksigen dan memperbaiki strukturnya. Untuk memperbaiki cacat struktural dapat menggunakan dua metode, yaitu grafitisasi pada temperatur tinggi dan epitaxial growth; atau CVD pada daerah cacat dengan penambahan suplai karbon (Pei, 2011). **Tabel 2.2** menunjukkan perbandingan pengaruh reduksi yang pernah dilakukan oleh beberapa peneliti.

Tabel 2.2 Perbandingan pengaruh metode reduksi GO (Pei dkk, 2012)

Referensi	Metode Reduksi	Bentuk	Rasio G/O	κ (S/cm)
Stankovich S. dkk	Hydrarazine hidrate	Serbuk	10.3	2
Li D, Muller dkk	Reduksi hydrazine dalam kondisi koloid	Film (lapisan)	—	72
Shin H-J dkk	150 mM larutan NaBH ₄ , 2 jam	TCF	8.6	0.045

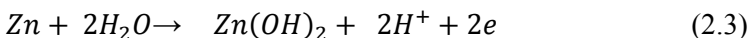


Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal Terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*

Fernandez	Vitamin C	(Thin Crystal Film)	12.5	77
Merino MJ dkk		Film		
Pei S dkk	Reduksi HI 55%	Film	>14.9	298

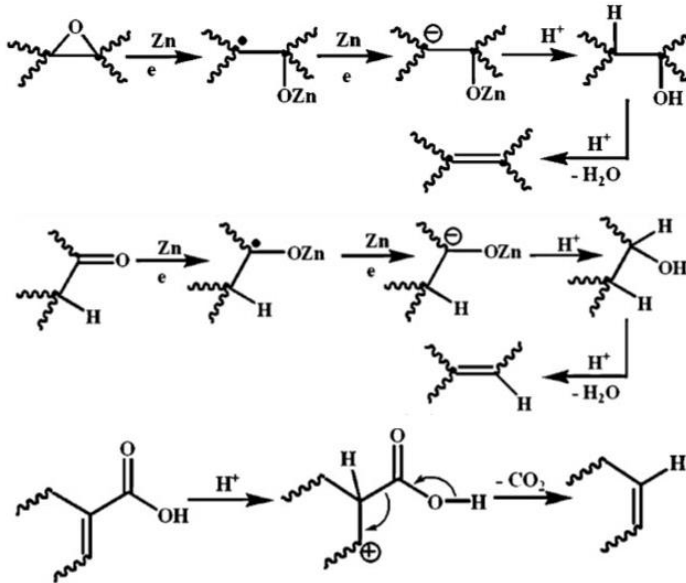
Zhi-gang dkk (2012) dalam penelitiannya menyebutkan bahwa proses reduksi GO menggunakan serbuk Zn akan terjadi sesuai dengan persamaan 2.3 – 2.5.



Mekanisme ini diyakini melibatkan reduksi gugus fungsi oksigen dengan media Zn dalam kondisi asam dan penyusunan kembali ikatan atom σ pada struktur karbon. Deoksigenasi dari epoksi ke olefin dapat disebabkan oleh beberapa reagen termasuk logam seperti Zn (Gambar 2.4). Beberapa literatur menyatakan dengan memperhatikan keberadaan Zn di dalam H_2SO_4 sangat efektif untuk deoksigenasi epoksi baik secara langsung maupun bertahap. Deoksidasi secara bertahap akan dilanjutkan dengan pembentukan gugus hidroksil. Di sisi lain, gugus karboksil akan tereduksi oleh Zn menjadi alkohol dalam media asam. Pertumbuhan gugus hidroksil melalui deoksigenisasi epoksi dan reduksi gugus karbonil dalam kondisi asam hingga menghasilkan olefin. Logam sulfat merupakan katalis dari proses dehidrasi alkohol. Proses dekarboksilasi dari asam karboksil dapat dikatalis oleh asam hingga menjadi olefin. Dekarboksilasi sangat menguntungkan karena terjadi perluasan konjugasi dalam struktur karbon (Dey dkk, 2012). Proses



reduksi gugus oksigen pada grafit oksida dapat dilihat pada gambar 2.4.



Gambar 2.4 Proses reduksi gugus oksigen pada grafit oksida (Dey, 2012)

2.4 Kapasitor

Kapasitor merupakan perangkat elektronik yang dapat menyimpan dan memberikan energi. Kapasitor terbagi dalam dua grup dasar: kapasitor elektrolitik dan kapasitor elektrokimia. Kapasitor elektrolitik memiliki konstruksi 2 keping logam sejajar yang disisipi material dielektrik diantara keduanya. Material seperti lapisan plastik dan keramik digunakan sebagai dielektrik, dengan berbagai jenis logam yang digunakan sebagai elektroda.

Kapasitor elektrokimia menggunakan elektrolit yang dapat memunculkan lapisan dielektrik dan juga membentuk kutub katoda. Logam foil atau serbuk, seperti halnya aluminium dan



Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal Terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*

tantalum, digunakan untuk membentuk kutub Anoda (KEMET Co. Ltd. 2010).

Kapasitansi sebanding dengan luas permukaan plat elektroda dan permitivitas dielektrik antar dua plat serta berbanding terbalik dengan jarak antar dua plat. Kapasitansi dalam kapasitor keping sejajar dapat ditulis pada persamaan (2.6):

$$C = \frac{q}{v} = \frac{I \cdot t}{V} = \epsilon \frac{A}{d} \quad ; A \gg d^2 \quad (2.6)$$

C adalah kapasitansi (Farad), Q adalah muatan (Coulomb), V adalah potensial (Volt), i adalah arus (Ampere), t adalah waktu (detik), ϵ adalah permitivitas dielektrik (Fm^{-1}), A adalah luas permukaan konduktor atau plat (m^2), dan d adalah ketebalan dielektrik atau jarak antara kedua plat (m).

Kapasitor elektrokimia adalah kapasitor jenis khusus yang bekerja berdasarkan *charging* (pemasukan muatan) dan *discharging* (pelepasan muatan) dari *interface* material-material yang mempunyai luas spesifik yang tinggi seperti material karbon yang berpori atau beberapa oksida logam yang berpori. Kapasitansinya 10000 kali lebih tinggi daripada kapasitansi kapasitor elektrolitik dengan dimensi yang sama. Oleh karenanya, kapasitor elektrokimia sering juga disebut “*superkapasitor*” atau “*ultracapasitor*” (Conway, 1999).

2.5 Electrical Double Layer Capacitor (EDLC)

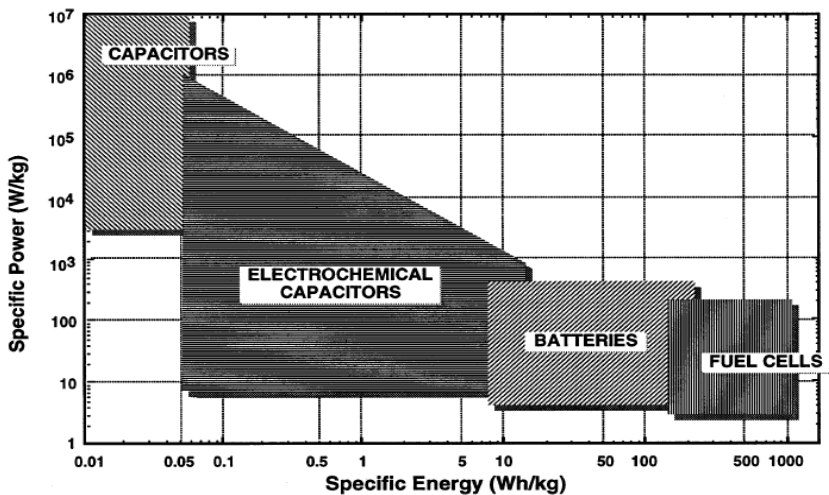
Electric Double Layer Capacitor (EDLC) adalah jenis kapasitor yang menyimpan energi dalam *electrochemical double-layer* pada elektroda dan termasuk dalam jenis kapasitor elektrokimia. Kapasitor ini memiliki beberapa nama yang sering disebut seperti ‘*Double-layer capacitor*’, ‘*Supercapacitor*’, ‘*Ultracapacitor*’, ‘*Powercapacitor*’, atau ‘*Goldcapacitor*’.

Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal Terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*



Aplikasi dari EDLC dapat dikombinasikan pada baterai atau mengganti baterai secara primer dalam kendaraan listrik, beberapa alasan mengapa kapasitor elektrokimia mendapatkan perhatian lebih dapat dilihat pada plot Ragone (**Gambar 2.5**) dibawah ini.



Gambar 2.5 Sketsa plot Ragone untuk beberapa alat penyimpan dan pengkonversi energi (Kotz dan Carlen 2000)

Kapasitor elektrokimia mampu menutupi celah energi dan juga daya spesifik antara baterai dengan kapasitor konvensional. Karena karakteristik uniknya yang mencakup wilayah yang luas pada densitas daya dan densitas energi, kapasitor elektrokimia (ECs) dibuat untuk menjembatani perbedaan kinerja kritis diantara kapasitor konvensional yang mempunyai densitas daya yang tinggi dengan baterai / sel bahan bakar yang mempunyai densitas energi yang tinggi.



Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal Terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*

Baterai dan *Fuel cells* memiliki densitas daya rendah, sedangkan kapasitor konvensional memiliki rapat daya $>106 \text{ watts/dm}^3$ pada rapat energi yang sangat rendah. Sehingga, kapasitor elektrokimia dapat meningkatkan performansi baterai dalam hal rapat daya atau meningkatkan performansi kapasitor dalam hal rapat energi ketika dikombinasikan dengan alat yang bersangkutan. Selain itu, kapasitor elektrokimia memiliki siklus hidup yang lebih panjang daripada baterai karena tidak ada atau hanya sedikit reaksi transfer muatan kimia yang sedang berlangsung didalamnya (Kotz dan Carlen 2000).

Perbandingan parametrik antara EDLC dengan Baterai Li-ion dapat dilihat pada **tabel 2.3** dibawah ini.

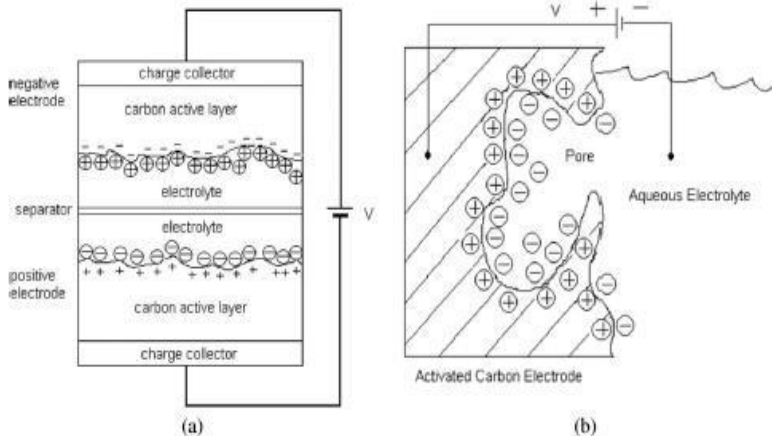
Tabel 2.3 Perbandingan parametrik antara EDLC berbasis karbon aktif komersial dan baterai Li-ion (Signorelli dkk. 2009)

Sifat	Baterai Li-ion	EDLC
Power density (kW/l)	3	10
Energy density (Wh/kg)	100	5
Rate capability X (X/C)	<40	>1800
Minimum T (°C)	0	-40
Maximum T (°C)	+40	+65
State-of-charge excursion	50	100

EDLC memanfaatkan *double-layer* yang terbentuk saat tegangan diaplikasikan pada elektroda yang dicelupkan dalam elektrolit. Lebih lanjut, elektroda EDLC yang menggunakan karbon yang memiliki banyak poros memiliki rasio luas area/volume yang tinggi.

Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal Terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*



Gambar 2.6 (a) Skema EDLC berbasis karbon aktif (b) Representasi pori lapisan aktif elektroda karbon (Signorelli dkk. 2009)

Gambar 2.6 (a) menunjukkan skema konstruksi dari EDLC yang terdiri dari dua elektroda karbon, masing-masing memiliki lapisan yang terbentuk saat elektroda diberi tegangan dan dicelupkan dalam elektrolit. Kapasitansi berbanding lurus dengan luas elektroda. Beberapa faktor, luas permukaan, dan kekuatan medan yang tinggi memberi kenaikan yang tinggi pada densitas energi pada EDLC. Lapisan oksida membentuk dielektrik, ketipisan lapisan ini dan tinggi tegangan uraian memberikan kenaikan pada kapasitansi spesifik. (Signorelli dkk. 2009)

Gambar 2.6 (b) menunjukkan representasi dari poros yang terdapat pada elektroda karbon. Untuk mendapatkan kapasitansi yang tinggi luas permukaan dari elektroda ditingkatkan dengan menggunakan elektroda berporos. Kombinasi dari kedua elektroda ini dapat memberikan kapasitansi yang besar pada kapasitor elektrokimia (Kotz dan Carlen 2000).

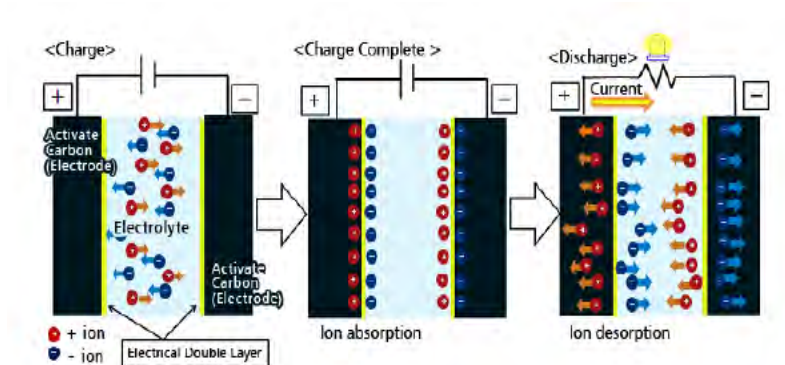


Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal Terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*

Adanya mekanisme absorpsi dan desorpsi ion pada *double-layer* elektroda karbon aktif berperan dalam pengisian dan pengosongan EDLC. Dengan memberikan tegangan pada elektroda yang saling berhadapan maka ion akan tertarik ke permukaan kedua elektroda dan terjadilah proses pengisian atau *charging*. Sebaliknya, ion akan bergerak menjauh saat EDLC digunakan atau *discharging* (Murata Co. Ltd. 2013).

Skema mekanisme dari *charge* dan *discharge* dan pergerakan ion pada EDLC dapat dilihat pada gambar 2.7 dibawah ini.



Gambar 2.7 Skema proses *charging* dan *discharging* pada EDLC (Murata Co. Ltd. 2013)

Ion yang digunakan didapat dari elektrolit yang berada diantara kedua elektroda karbon aktif yang terdisosiasi. Disosiasi sendiri merupakan peristiwa terurainya suatu zat menjadi beberapa zat yang lebih sederhana. Pada EDLC misalnya, sebuah larutan elektrolit AB terdisosiasi menjadi komponennya A^- dan B^+ . Hal tersebut dinamakan disosiasi elektrolit atau ionisasi dan reaksi ini juga merupakan reaksi reversibel atau berjalan bolak-balik karena ion-ion A^- dan B^+ juga bisa kembali membentuk elektrolit AB

Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal Terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*



seperti yang terlihat pada persamaan (2.7). Melalui proses seperti inilah ion-ion bermuatan listrik dapat dimanfaatkan pada sistem kerja EDLC.



Setelah ion bermuatan listrik diproduksi selanjutnya ion-ion tersebut akan bergerak secara difusi menuju elektroda seperti yang terlihat pada gambar 2.7 dan terjadilah proses *charging* dan hal tersebut akan terjadi juga saat proses *discharging*.

Electrochemical double layer (Helmholtz Layer) terbentuk pada permukaan elektroda elektrolit. Muatan ion positif dan negatif dalam elektrolit terakumulasi pada permukaan elektroda dan meyeimbangkan muatan listrik pada permukaan elektroda. Ketebalan dari *double layer* ini tergantung pada konsentrasi elektrolit dan ukuran ion dan dalam rentang 5-10 Å, untuk konsentrasi elektrolit. Nilai kapasitansi *double layer* adalah sekitar 10^{-20} mF/cm² untuk elektroda permukaan halus dalam larutan konsentrasi elektrolit dan dapat ditaksir menggunakan persamaan (2.8)

$$C/A = \epsilon_0 * \epsilon_r / d \quad (2.8)$$

Diasumsikan konstanta dielektrik relatif ϵ_r adalah 10 untuk air dalam *double layer*. d adalah ketebalan dari *double layer* dengan luas permukaan A . Medan listrik dalam *electrochemical double layer* sangat tinggi dan diasumsikan mencapai nilai 106 V/cm dengan sangat mudah. Dibandingkan dengan kapasitor konvensional dimana total kapasitansi dari pF dan μ F adalah tipikal, kapasitansi dan rapat energi yang tersimpan dalam lapisan ganda elektrokimia sangat tinggi (Kotz dan Carlen, 2000).

Karbon dengan beberapa modifikasinya sering digunakan sebagai material elektroda dalam kapasitor elektrokimia. Banyak keuntungan menggunakan karbon sebagai material elektroda



Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal Terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*

dalam kapasitor elektrokimia seperti (1) biaya murah, (2) luas permukaan yang tinggi, (3) banyak tersedia di alam, dan juga (4) teknologi produksi yang mudah. Karbon tersedia dengan luas permukaan spesifik hingga $2500 \text{ m}^2/\text{g}$ dalam bentuk bubuk, kain tenunan, bulu, atau serat.

2.6 Superkapasitor *Graphene*

Superkapasitor adalah piranti elektrokimia yang dapat menyimpan energi dan melepaskannya kembali dengan kekuatan daya yang tinggi dan densitas arus yang tinggi selama selang waktu yang pendek. Sehingga, kapasitor sangat diunggulkan sebagai pengganti untuk baterai dan fuel cell pada berbagai variasi aplikasi, misalnya mobil dan piranti elektronik portabel. Prinsip penyimpanan energi pada superkapasitor adalah akumulasi dari muatan elektrostatis pada elektroda- interface elektrolit (EDLC) atau transfer dari muatan ke dalam lapisan molekul yang mengalami reaksi redoks pada bagian permukaan dari elektroda (pseudokapasitor).

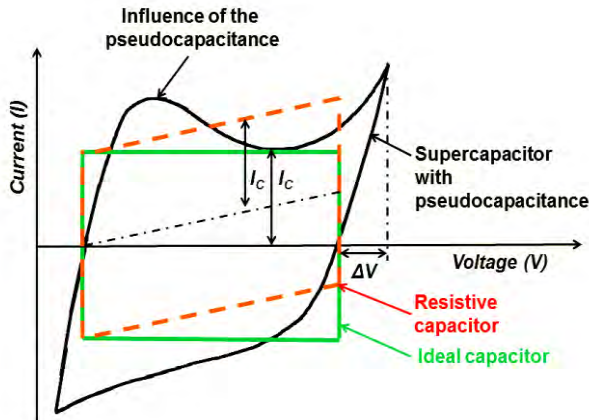
Superkapasitor EDLC sangat tergantung pada luas permukaan aktif dari material elektroda. Oleh karena itu, *graphene* yang memiliki luas permukaan aktif teoritis mencapai $2630 \text{ m}^2/\text{g}$, sifat konduktivitas yang baik, mikrostruktur yang dapat dikontrol, dan stabilitas termal dan sifat mekanik yang luar biasa, sangat menjanjikan sebagai elektroda EDLC. Dengan menggunakan elektroda dari *graphene* oksida yang telah direduksi, Stoller dkk. (2009) menemukan nilai kapasitansi mencapai 135 F/g dan 99 F/g pada larutan elektrolit organik. Peneliti yang lain, Wang dkk. (2009) menemukan bahwa superkapasitor dengan berbahan *graphene* mempunyai kapasitansi 205 F/g pada kondisi densitas daya 10 kW/kg dan densitas $28,5 \text{ W/kg}$. Selain itu, elektroda dari *graphene* dapat meminimalisir tahanan elektronik dan tahanan ionik serta dapat bekerja pada frekuensi yang tinggi, dimana EDLC yang menggunakan karbon aktif sebagai elektrodanya akan berubah menjadi resistor ketika diberi perlakuan frekuensi tinggi, sehingga tidak efektif.

Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal Terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*



Berbagai tipe superkapasitor dapat dilihat dari jenis kurva *cyclic voltammogram (CV)* nya. Gambar 2.8 menunjukkan berbagai tipe kurva CV dari berbagai jenis superkapasitor. Dari Gambar tersebut dapat dilihat bahwa superkapasitor mempunyai beberapa tipe. Yang pertama adalah superkapasitor ideal (warna hijau). Superkapasitor ideal menunjukkan pola *charging* *discharging* yang sama, sehingga mempunyai bentuk yang *rectangular*, atau persegi, yang menandakan bahwa *charging* *discharging* berlangsung dalam waktu yang sama.



Gambar 2.8 Tipe kurva CV dari berbagai jenis superkapasitor (Frackowiak 2001)

Yang kedua adalah jenis kapasitor resistif (warna merah). Kapasitor jenis ini ditandai oleh bentuk kurva CV yang *rectangular*, namun miring keatas, yang menandakan adanya peningkatan *current density* seiring dengan pertambahan nilai voltase. Yang terakhir adalah jenis *pseudocapacitor* (warna hitam). Ciri khas dari jenis kapasitor ini adalah adanya *hump* (gundukan), yang menandakan terjadinya reaksi, baik oksidasi maupun reduksi.



Pseudocapacitor biasanya mempunyai kapasitansi yang lebih tinggi, karena adanya efek reaksi redoks yang terjadi.

2.7 Metode Hidrotermal

Terlepas dari kenyataan bahwa teknik hidrotermal telah membuat kemajuan luar biasa, tidak ada kebulatan suara tentang definisi. Istilah dari hidrotermal biasanya mengacu pada reaksi heterogen pelarut berair atau *mineralizers* dengan menggunakan tekanan tinggi dan temperatur tertentu untuk membubarkan dan mengkristal (memulihkan) bahan yang relatif larut dalam kondisi biasa. Rabenau (1985) mendefinisikan sintesis hidrotermal sebagai reaksi heterogen dalam media air di atas 100 ° C 1 bar. Lobachev (1973) mendefinisikan hidrotermal sebagai sekelompok metode dimana kristalisasi dilakukan dari superheated larutan air pada tekanan tinggi. Roy (1994) menyatakan bahwa sintesis hidrotermal melibatkan air sebagai katalisator dan kadang-kadang sebagai komponen fase padat disintesis pada suhu tinggi (> 100 ° C) dan tekanan (lebih besar dari Beberapa atmosfer). Byrappa (1992) mendefinisikan sintesis hidrotermal sebagai reaksi heterogen dalam media air dilakukan atas temperatur kamar dan tekanan lebih besar dari 1 atm. Yoshimura (1994) mengusulkan definisi berikut: reaksi yang terjadi di bawah kondisi tinggi suhu-tekanan tinggi (> 100 ° C, > 1 atm) dalam bentuk larutan serta dalam sistem tertutup.

Proses hidrotermal dilakukan dengan tabung (*container*) yang di dalamnya terdapat sebuah tabung tambahan terbuat dari Teflon dan penutupnya, yang keseluruhannya dilapisi dinding baja dan dikencangkan dengan dan mekanisme sekrup serta tidak terendam oleh air seperti Gambar 2.9. Dalam proses hidrotermal ini yang diinginkan adalah uap air bertekanan tinggi sebagai suatu agen promosi reaksi kristalisasi fasa.

Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal Terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*



Gambar 2.9 Autoclave untuk proses hidrotermal

Ha, Muralidharan dan Kim (2008) menyebutkan bahwa proses hidrotermal ini memiliki beberapa keuntungan seperti pengontrolan bentuk dan ukuran dari serbuk, penggunaan temperatur yang rendah selama proses, tingkat kehomogenitasan yang tinggi, biaya operasional yang rendah dan juga proses sintesis yang mudah. Sampel berkualitas tinggi dapat diperoleh dengan menggunakan pelarut dibawah tekanan tinggi dan temperature meningkatkan kelarutan padatan sehingga akan meningkatkan laju reaksi.

Hasil analisis menunjukkan bahwa *Super Critical water* tidak hanya menghilangkan gugus fungsional pada GO, tetapi juga mengembalikan struktur aromatic pada kisi karbon. Pengamatan terhadap ketergantungan pH pada reaksi hidrothermal larutan basa (pH=11) menghasilkan larutan stabil rGO, sementara larutan asam (pH=3) menghasilkan gumpalan lembaran rGO, yang tidak dapat didispersikan kembali menggunakan ammonia. Air berperan sebagai pensuplai H^+ untuk reduksi *graphene* oksida.



Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal Terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*

2.8 Penelitian-penelitian yang Telah Dilakukan

Terdapat beberapa penelitian-penelitian mengenai kapasitor berbahan *graphene* terkait dengan fungsinya meningkatkan sifat kapasitif. Penelitian tersebut dirangkum dalam tabel 2.4.

Tabel 2.4 Perbandingan nilai kapasitansi dari superkapasitor *graphene* berdasarkan penelitian sebelumnya

Materia l	Perlakuan	Densitas Daya (kW/kg)	Densitas Energi (Wh/kg)	Kapasitas Spesifik(F/g)	Peneliti
<i>Graphene</i>	Ultrasonikasi dan hidrotermal	—	—	491.36	Haniffudin, dkk (2014)
<i>Graphene</i>	Hidrotermal dan pemilihan larutan elektrolit	125,8	11,18	125.87	Adhtiwana, dkk (2014)
<i>Graphene</i>	CVD	—	—	80	J.J. Yoo, K. dkk (2011)
rGO	Reduksi <i>Graphene</i>	9.8	85.6	250	C. Liu, Z. Yu, D. Neff, dkk (2010)

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah :

1. Serbuk grafit dengan ukuran 150 μm (purity 99%)
2. Air suling / aquades (H_2O)
3. Larutan elektrolit asam sulfat 98% (H_2SO_4)
4. Es
5. Natrium nitrat (NaNO_3)
6. Kalium permanganat (KMnO_4)
7. Hidrogen peroksida (H_2O_2)
8. Asam klorida 35% (HCl)
9. Barium klorida (BaCl_2)
10. Serbuk Zn
11. *Nickel Foam*
12. Larutan elektrolit Na_2SO_4

3.2 Alat

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini :

1. Neraca Analitik (Mettler Toledo)
Alat ini digunakan untuk mengukur massa serbuk grafit, KMnO_4 , NaNO_3 , grafit oksida dan serbuk Zn
2. Pipet
Pipet yang digunakan adalah pipet standar untuk mengambil larutan.
3. Pengaduk (Spatula)
Digunakan untuk mengaduk larutan.
4. *Hot Plate* dengan *Magnetic Stirrer*
Alat ini digunakan untuk mencampur dan mengaduk larutan agar homogen serta untuk proses *drying graphene* dari hasil proses *hydrothermal*.
5. Furnace (*Thermolyne*)
Digunakan untuk proses pembuatan GO dan *graphene*.
6. Instrumen Karakterisasi Material



Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*

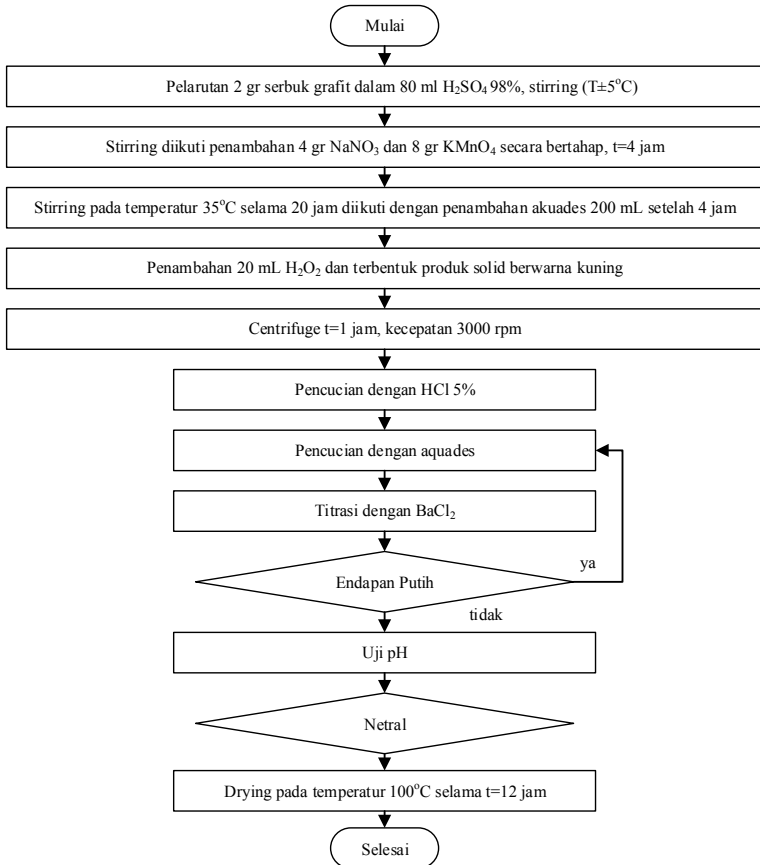
X-ray diffraction (XRD) untuk mengetahui senyawa yang terkandung dalam sampel; *Scanning Electron Microscope* (SEM) untuk menganalisis morfologi dan ukuran partikelnya; Uji *Cyclic Voltammetry* (CV) untuk mengetahui nilai kapasitansi elektroda superkapasitor.

7. *Autoclave*
Digunakan untuk proses *hydrothermal*.
8. *Erlenmeyer*
Digunakan untuk wadah larutan.
9. *Ice bath*
Digunakan untuk tempat peletakan es selama pembuatan grafit oksida.
10. *Centrifuge*
Digunakan untuk mengatur dan memisahkan partikel terdispersi.
11. *Ultrasonic Cleaner*
Digunakan untuk homogenisasi dan pengelupasan lembaran *graphite oxide* menjadi *graphene* oksida.
12. *Beaker glass*
Digunakan untuk tempat aktivasi kimia.



3.3 Diagram Alir Penelitian

3.3.1 Sintesis Grafit Oksida



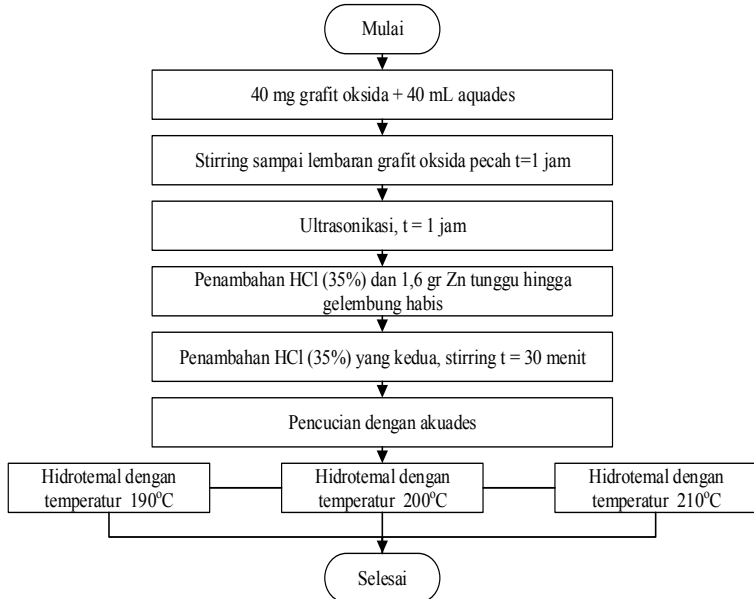
Gambar 3.1 Diagram alir sintesis grafit oksida



Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*

3.3.2 Sintesis *Graphene*



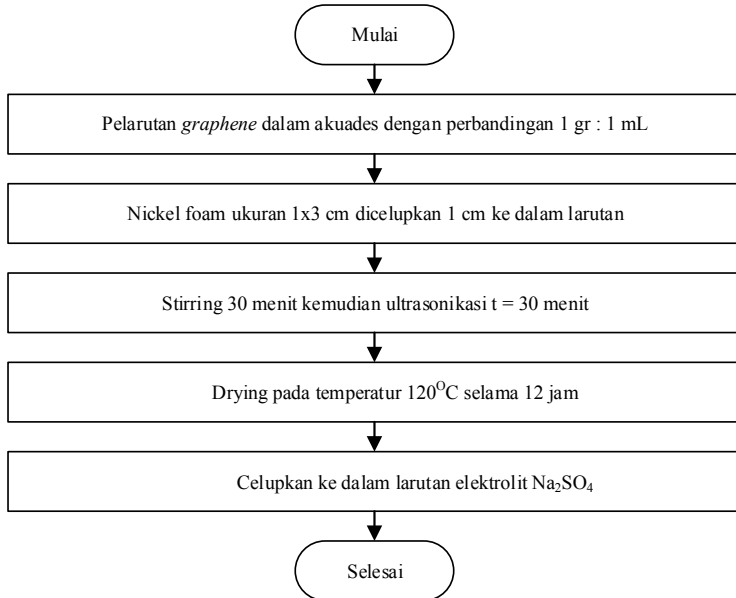
Gambar 3.2 Digram alir sintesis *graphene* dari grafit oksida

Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*



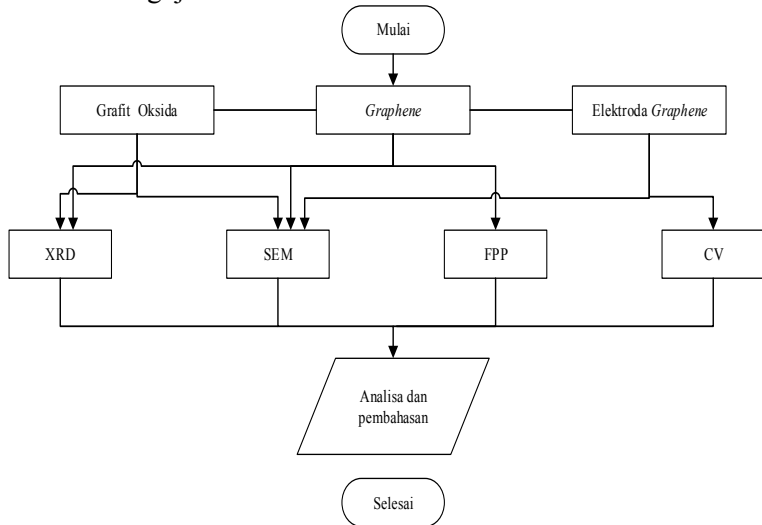
3.3.3 Pembuatan Elektroda



Gambar 3.3 Diagram alir pembuatan elektroda



3.3.4 Pengujian



Gambar 3.4 Diagram alir pengujian

3.4 Metode Penelitian

Proses pembuatan elektroda pada penelitian ini menggunakan 2 tahapan proses, yaitu sintesis grafit menjadi grafit oksida (pengoksidasian grafit) dan sintesis grafit oksida menjadi *graphene* (pereduksian grafit oksida).

3.4.1 Sintesis Grafit Oksida

Sintesis grafit oksida dilakukan dengan mengoksidasi grafit. Bahan yang digunakan dalam proses sintesis grafit oksida adalah grafit, H_2SO_4 , KMnO_4 , dan NaNO_3 . Awal proses sintesis grafit oksida dengan men-*stirring* campuran 2 gram grafit dengan 80 ml larutan H_2SO_4 . Kemudian dilakukan penambahan KMnO_4 dan NaNO_3 secara bertahap dan bergantian kedalam larutann. Setelah ditambahkan KMnO_4 , larutan yang awalnya berwarna hitam pekat menjadi hitam

Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*



kemerahan sedikit kehijauan, dan juga pada permukaan es terjadi perubahan warna merah muda dikarenakan adanya uap KMnO_4 **gambar 3.5**.



Gambar 3.5 Proses stirring pada temperatur *icebath*

Setelah *stirring* 0 °C atau selama 4 jam, larutan dikeluarkan dari *icebath*. Kemudian proses *stirring* dilanjutkan pada temperatur 35 °C selama 20 jam. Setelah *stirring* selama 20 jam, ditambahkan 200 ml aquades untuk mengurangi kepekatan larutan.

Setelah 20 jam *stirring* diperoleh bentuk larutan yang kental berwarna coklat muda. Kemudian dilakukan penambahan 20 ml H_2O_2 30% hingga larutan berubah warna dari coklat muda menjadi kuning. Penambahan H_2O_2 ini berfungsi untuk menghilangkan sisa kandungan KMnO_4 yang tidak bereaksi. Reaksinya dapat ditulis sebagai berikut.



Selanjutnya larutan yang berwarna kuning tersebut di-*centrifuge* dengan kecepatan 3000 rpm selama 1 jam. Setelah *centrifuge*, terbentuk endapan kuning pada bagian bawah



tabung. Larutan selain endapan kuning ini dibuang, dan endapan kuning diambil. Bercak-bercak hitam yang tersisa di endapan kuning tidak diambil, karena itu merupakan sisa grafit yang masih belum teroksidasi.

Setelah itu dilanjutkan dengan proses pencucian menggunakan HCl 5% untuk menghilangkan ion-ion logam yang tersisa. Proses pencucian selanjutnya menggunakan aquades secara berkala untuk menetralkan pH. Untuk menguji apakah ion sulfat telah hilang dan pH telah netral dilakukan titrasi dengan BaCl_2 1M dan kertas pH.

Apabila sudah tidak terlihat endapan putih dan pH telah netral (mendekati 7) maka dilanjutkan dengan proses *drying*. Proses *drying* ini dilakukan pada wadah *crucible* di dalam *muffle furnace* pada temperatur 110 °C selama 12 jam untuk memperoleh grafit oksida yang berbentuk lembaran.

3.4.2. Sintesis *Graphene*

Graphene disintesis dengan cara mereduksi grafit oksida menjadi *graphene* oksida, kemudian dilanjutkan dengan mereduksi *graphene* oksida menjadi *graphene* (*Reduced Graphene Oxide/rGO*). Pembuatan *graphene* oksida dimulai dengan cara melarutkan 40 mg grafit oksida ke dalam 40 mL aquades, kemudian di *stirring* selama 1 jam hingga larutan menjadi homogen, kemudian dilakukan proses ultrasonikasi selama 1,5 jam.

Setelah proses ultrasonikasi, maka terbentuk endapan hitam, dan itulah yang disebut *graphene* oksida. Selanjutnya *graphene* oksida direduksi menggunakan serbuk *Zinc* untuk memperoleh *graphene*. Proses ini dilakukan dengan menambahkan 10 ml HCl (35%) kedalam larutan *graphene* oksida dalam kondisi *non-stirring*. Kemudian dilanjutkan dengan penambahan serbuk *Zinc* sebesar 1,6 g. Ketika dilakukan penambahan *Zinc*, akan terbentuk gelembung-gelembung kecil pada permukaan larutan disertai dengan

Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*



peningkatan temperatur. Akan nampak terlihat endapan keluar gelembung yang konstan, yang menandakan terjadinya peristiwa reduksi. Endapan semakin lama akan bergerak mengumpul pada permukaan atas larutan, proses ini dibiarkan hingga tidak ada lagi gelembung yang keluar dari endapan, dan seluruh endapan telah naik ke permukaan larutan.

Kemudian dilakukan penambahan 10 ml HCl (35%) untuk kedua kalinya, dilanjutkan dengan proses *stirring* selama 30 menit untuk homogenisasi larutan. Proses penambahan ini bertujuan untuk menghilangkan sisa *Zinc* yang masih tersisa dalam larutan. Hasilnya berupa endapan hitam.

Selanjutnya adalah proses pencucian. Pencucian pertama menggunakan HCl 5%, dengan tujuan untuk menghilangkan sisa ion logam. Kemudian dilanjutkan pencucian dengan menggunakan aquades beberapa kali hingga pH menjadi netral (mendekati 7). Setelah didapatkan pH yang netral (mendekati 7), endapan dimasukkan *autoclave* untuk dilakukan proses *hydrothermal* di dalam *muffle furnace* dengan variasi temperature 190°C, 200°C, dan 210°C serta dengan variasi waktu tahan hidrotermal selama 8, 10, dan 12 jam.

3.4.3. Pembuatan Elektroda

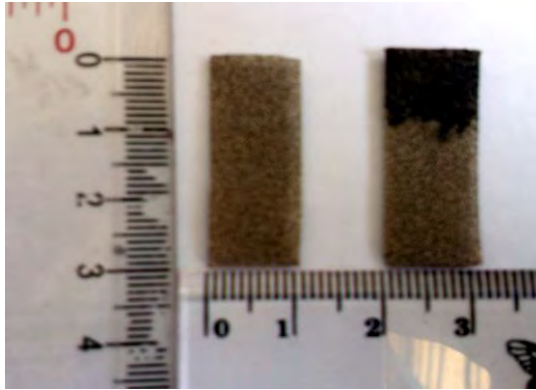
Elektroda untuk pengujian CV dibuat dengan cara memotong nickel foam berukuran 1 x 3 cm lalu ditimbang untuk mengetahui massa nickel foam. Kemudian mencelupkan nickel foam ukuran 1 x 3 cm di dalam larutan *graphene* yang telah dibuat dengan perbandingan 1 mg : 1 mL seperti pada **Gambar 3.6** dibawah. Bagian yang tercelup adalah sebesar 1 cm². Lalu di *stirring* selama 30 menit, kemudian dilanjutkan dengan ultrasonikasi 30 menit untuk memastikan *graphene* telah masuk ke dalam pori-pori nickel foam. Setelah itu, spesimen di drying di dalam *muffle furnace* pada T=110°C selama 12 jam. Setelah kering, spesimen di *press*. Nickel foam lalu ditimbang sekali lagi untuk mengetahui massa *graphene*



Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*

yang terdeposit di dalam pori-pori nickel foam. Elektroda yang sudah siap kemudian digunakan untuk pengujian *Cyclic Voltammetry* (CV) dengan larutan elektrolit Na_2SO_4 .

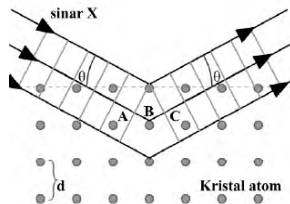


Gambar 3.6 Nickel foam (a) sebelum (b) sesudah di depositkan graphene menjadi elektroda

3.5 Pengujian

3.5.1 *X-Ray Diffraction* (XRD)

X-Ray Diffraction (XRD) adalah alat yang digunakan untuk menentukan struktur atomik dan molekul dari suatu kristal, akibat kristal atom menghamburkan sinar X ke arah tertentu.



Gambar 3.7 (a) Instrumen XRD PANalytical (b) Pola difraksi sinar x

Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*



Dari hasil hamburan akan didapatkan intensitas sinar dan besar sudut hamburan yang menyatakan struktur kristal atom. Prinsip dasar XRD adalah mendifraksikan cahaya yang melalui celah kristal. Difraksi cahaya oleh kisi-kisi atau kristal. Difraksi cahaya oleh kisi-kisi atau kristal ini dapat terjadi apabila difraksi tersebut berasal dari radius yang memiliki panjang gelombang yang setara dengan jarak antar atom yaitu sekitar 1 angstrom. Radiasi yang digunakan berupa radiasi sinar-X, elektron, dan neutron. Sinar-X merupakan foton dengan energi tinggi yang memiliki panjang gelombang berkisar 0,5 sampai 2,5 Angstrom. Ketika berkas sinar-X berinteraksi dengan suatu material, maka sebagian berkas akan diabsorpsi, ditransmisikan, dan sebagian lagi dihamburkan terdifraksi. Hamburan terdifraksi inilah yang dideteksi oleh XRD. Berkas sinar-X yang dihamburkan tersebut ada yang saling menghilang karena fasanya berbeda dan ada juga yang saling menguatkan karena fasanya sama. Berkas sinar-X yang saling menguatkan itulah yang disebut sebagai berkas difraksi. Hukum Bragg merumuskan tentang persyaratan yang harus dipenuhi agar berkas sinar-X yang dihamburkan tersebut merupakan berkas difraksi.

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (3.2)$$

3.5.2 Scanning Electron Microscopy (SEM)

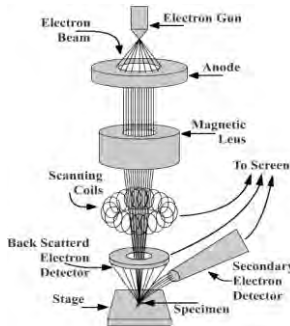
Scanning electron microscopy (SEM) adalah tipe mikroskop elektron yang menghasilkan gambar dari suatu sampel dengan memindainya menggunakan pancaran elektron. Elektron berinteraksi dengan atom di dalam sampel sehingga menghasilkan berbagai sinyal yang memuat informasi tentang topografi permukaan dan komposisi dari sampel. SEM dapat mencapai resolusi lebih baik daripada 1 nm. Berbagai macam sampel dapat diamati menggunakan SEM, misalnya logam, keramik plastik, debu, dan sebagainya.. SEM dapat



Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*

memperbesar gambar hingga perbesaran 100.000 kali karena memiliki resolusi mencapai 1,5 nm pada 30 kV.



Gambar 3.8 (a) Skema kerja SEM dan (b) SEM Inspect S50

Cara kerja dari SEM adalah dengan menembakkan electron ke spesimen. Elektron yang dipancarkan diperkuat oleh kumparan dan difokuskan pada satu daerah oleh *fineprobe*. Pancaran electron yang mengenai specimen akan dihamburkan dan ditangkap oleh *backscatter electron* (BSE) dan *secondary electron detector*. Kemudian hasilnya akan diterjemahkan di layar. Dari pantulan inelastis didapatkan sinyal elektron sekunder dan karakteristik sinar X sedangkan dari pantulan elastis didapatkan sinyal backscattered electron. Elektron sekunder menghasilkan topografi dari benda yang dianalisa, permukaan yang tinggi berwarna lebih cerah dari permukaan rendah. Sedangkan *backscattered electron* memberikan perbedaan berat molekul dari atom – atom yang menyusun permukaan, atom dengan berat molekul tinggi akan berwarna lebih cerah daripada atom dengan berat molekul rendah.

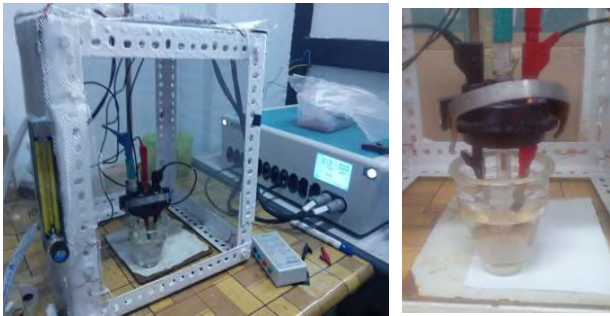
Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*



3.5.3 Cyclic Voltammetry (CV)

Pengujian *Cyclic Voltammetry* digunakan untuk mengetahui nilai kapasitansi dari elektroda *nickel foam-graphene*. Pengujian dilakukan dengan mendepositkan *graphene* ke dalam *nickel foam*. Pengujian ini menggunakan larutan elektrolit Na_2SO_4 1M untuk elektroda *nickel foam-graphene*. Nilai potensial yang digunakan adalah antara 0-0.8V untuk menyesuaikan rentang potensial kerja kapasitor. Instrumen yang digunakan adalah AUTOLAB PG STAT 302 METHROM, dengan *counter electrode* Pt 99.999% dan *reference electrode* Ag/AgCl.



Gambar 3.9 (a) Alat AUTOLAB PG STAT 302 METROHM untuk pengujian CV dan (b) *set up* tiga elektroda

Pada pengujian ini yang didapat adalah grafik *cyclic voltammetry* dan untuk menghitung besarnya kapasitansi spesifik digunakan persamaan 3.3 dibawah ini. Di samping itu, data dari CV menggambarkan sifat kapasitif elektrokimia dari elektroda-elektroda. Akhirnya, hasil penelitian akan dibandingkan dan disimpulkan.

$$C = \frac{\int i dV}{2 w \gamma \Delta E} \quad (3.3)$$



Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*

Dimana,	C	= Kapasitansi Spesifik (F/gram)
	I	= Arus (Ampere)
	W	= Massa Elektroda Grafena (gram)
	γ	= <i>Scan Rate</i> (mV/s)
	ΔE	= Potential Window (Volt)

3.5.4 *Four Point Probe* (FPP)

Four point probe (FPP) adalah salah satu bentuk pengujian elektrik. Pengujian ini bertujuan untuk mengukur resistivitas dari material semikonduktor. Pengujian ini dapat dilakukan untuk mengukur baik material yang berupa padatan maupun lapisan tipis. Pengujian FPP menggunakan empat batang logam tungsten dengan jari-jari tertentu. Setiap batang dipasang pegas untuk meminimalisir kerusakan sampel saat pengujian. Dua probe terluar memberikan sejumlah arus listrik, sedangkan dua probe bagian dalam mengukur tegangan listrik menggunakan voltmeter untuk mengetahui resistivitas sampel. Sebelum arus dialirkan (diberikan) melalui probe, keempat probe diturunkan sehingga menyentuh permukaan sampel. Setelah itu arus I dialirkan melalui probe 1 dan 4. Dengan cara seperti ini arus akan dialirkan / didistribusikan melalui sampel dari probe yang satu menuju probe yang satunya. Pada daerah dimana probe 2 dan 3 bersentuhan dengan sampel, tegangan diukur dengan voltmeter. Dari variasi perubahan arus yang diberikan, akan diperoleh perubahan tegangan yang diukur. Aliran arus pada probe 2 dan 3 sangat kecil dan dapat diabaikan sebab tegangan diukur dengan menggunakan voltmeter rintangan tinggi. Dari perubahan ini akan diperoleh nilai resistivitas *thin film* bahan sampel berdasarkan persamaan (3.9).

Ada dua persamaan yang digunakan untuk menghitung nilai resistivitas tergantung jenis sampelnya, yaitu untuk spesimen tebal (*bulk sample*) dan berupa lembaran (*sheet*). Spesimen tebal memiliki ketentuan bahwa tebal spesimen harus

Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal terhadap
Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*



lebih dari $3/2$ jarak antar probe dan untuk tebal sampel lebar harus kurang dari $3/2$ jarak antar probe. Karena *graphene* termasuk material berupa lembaran tipis, maka mekanisme aliran arusnya membentuk pola menyerupai lingkaran seperti bola. Dengan bentuk bidang tersebut, luasan dapat diasumsikan $A = 2\pi xt$, dimana x adalah jari-jari bola dan t adalah tebal sampel. Untuk perhitungan resistivitas, penurunan rumusnya:

$$\Delta R = \int_{x_1}^{x_2} \rho \frac{dx}{A} = \int_s^{2s} \frac{\rho}{2\pi t} \left(\frac{dx}{x}\right) = \int_{x_1}^{x_2} \frac{\rho}{2\pi t} \ln(x) \quad (3.4)$$

$$R = \frac{\rho}{2\pi t} \ln(2) \quad (3.5)$$

$$R = \frac{I}{V} \quad (3.6)$$

$$\rho = \frac{\pi t}{\ln 2} \times \frac{V}{I} \quad (3.7)$$

Dimana,

ρ	= Resistivitas (Ωcm)
t	= Tebal <i>graphene</i> (cm)
V	= Tegangan output (Volt)
I	= Arus (Ampere)

Dari nilai resistivitas, dapat diketahui besar konduktifitas sampel dengan persamaan:

$$\sigma = \frac{1}{\rho} \quad (3.8)$$

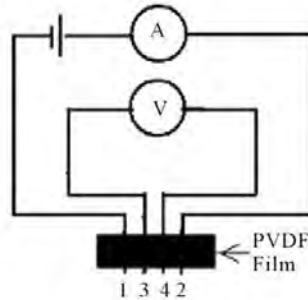
Dimana

σ = Konduktivitas (S/cm)



Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*



Gambar 3.10 (a) Pengujian FPP (b) skema rangkaian (Hartono dkk. 2013)

Dari hasil pengujian Cyclic Voltammetry kita juga bisa mengetahui nilai Densitas Energi (E) dan Densitas Power (P) dengan menggunakan rumus dibawah ini.

$$E = 0.5 \times C \times (\Delta V)^2 \quad (3.9)$$

$$P = Et \quad (3.10)$$

dimana :

- E = Densitas Energi (Wh/kg)
- C = Kapasitansi (Farad/gram)
- (ΔV) = Potential Window (Volt)
- P = Densitas Power (W/kg)
- t = Waktu discharge (sekon)

3.6 Rancangan Penelitian

Berikut merupakan rancangan penelitian aplikasi *graphene* terhadap elektroda superkapasitor :

Tabel 3.1 Rancangan Penelitian

Material	Temperat ur	Waktu Tahan	XR D	SE M	FP P	C V
----------	----------------	----------------	---------	---------	---------	--------

Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*



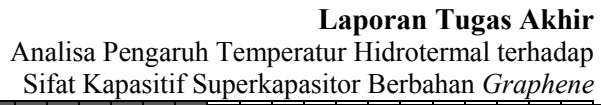
	Hidroterm al (°C)	Hidroterm al (jam)				
Graphe ne	190	8				
		10				
		12				
	200	8				
		10				
		12				
	210	8				
		10				
		12				
Grafit Oksida						
Grafit						

3.7 Jadwal Kegiatan

Jadwal kegiatan untuk penelitian dilaksanakan seperti pada **tabel 3.2** di bawah ini:

Tabel 3.2 Jadwal Kegiatan

No	Kegiatan	Bulan 1				Bulan 2				Bulan 3				Bulan 4				Bulan 5			
		1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4
1	Studi literatur																				
2	Persiapan alat dan bahan																				

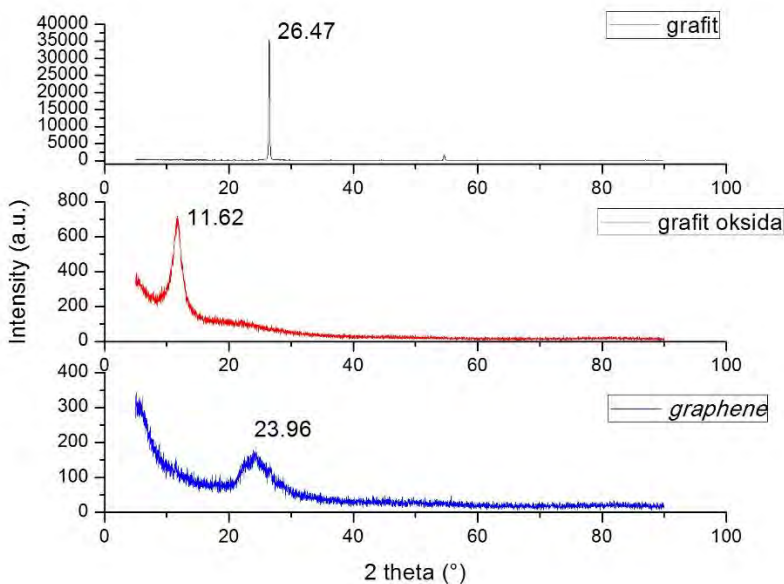
42

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Pengujian *X-Ray Diffraction* (XRD)

Dari hasil pengujian *X-Ray Diffraction* diperoleh grafik XRD yang memiliki puncak dari grafit, grafit oksida, dan *graphene*. Dapat dilihat perbedaan posisi puncak yang mengindikasikan adanya perubahan struktur dari grafit menjadi grafit oksida dan akhirnya menjadi *graphene* seperti yang ditunjukkan pada **Gambar 4.1**. Pengamatan difraksi sinar x dilakukan pada sudut $2\theta = 5^\circ - 90^\circ$ dengan λ Cu-K α 1.54060 Å.



Gambar 4.1 Pola XRD dari grafit, grafit oksida, *graphene*



Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal Terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*

Berdasarkan gambar tersebut terdapat kesesuaian dengan hasil penelitian sebelumnya Liu, Huang, dan Wang (2012) yang dapat dilihat pada gambar 2.3. Selain itu terdapat pula kesesuaian dengan penelitian Pradita (2015) yang memiliki puncak pola XRD grafit, grafit oksida, dan *graphene* secara berurutan yaitu $2\theta = 26,57^\circ$, $11,62^\circ$ dan $23,76^\circ$. Hal tersebut mendukung penelitian ini dimana pada **Gambar 4.1** grafit terdapat puncak intensitas pada posisi $2\theta = 26,47^\circ$ dengan $d_{\text{spacing}} = 3,36 \text{ \AA}$. Saat proses oksidasi dilakukan grafit berubah menjadi grafit oksida dengan puncak berada pada $2\theta = 11,62^\circ$ dengan $d_{\text{spacing}} = 7,46 \text{ \AA}$ dengan intensitas yang jauh menurun dari intensitas grafit. Hal ini mengindikasikan bahwa grafit teroksidasi menjadi grafit oksida.

Setelah penambahan *zinc* sebagai agen reduksi terjadi perubahan puncak dari grafit oksida menjadi *graphene* pada $2\theta = 23,94^\circ$ dengan $d_{\text{spacing}} = 3,71 \text{ \AA}$. Hal ini menunjukkan bahwa d_{spacing} *graphene* kembali mendekati nilai d_{spacing} grafit. Terjadi penurunan intensitas dari grafit, grafit oksida menjadi *graphene*. Hal ini disebabkan oleh penurunan jumlah d_{spacing} akibat adanya pengelupasan kimia (*chemical exfoliation*). Dengan semakin mengecilnya nilai d_{spacing} mengindikasikan semakin baik kualitas *graphene* yang dibuat.

Perhitungan jarak antar layer (d_{spacing}) dapat menggunakan Hukum Bragg yang bertujuan untuk menganalisa pengaruh variasi temperatur hidrotermal terhadap perbandingan jarak antar layer (*interlayer distance*).

$$d_{002} = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \quad (4.1)$$

dimana :

d_{002}	= jarak antar layer (\AA)
λ	= panjang gelombang ($1,54 \text{ \AA}$)
θ	= sudut difraksi ($^\circ$)

Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal Terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*



Hasil dari perhitungan jarak antar layer dibandingkan dengan setiap d_{spacing} grafit, grafit oksida, dan *graphene* yang disajikan dalam **Tabel 4.1**.

Tabel 4.1 Perhitungan jarak antar layer grafit, grafit oksida, dan *graphene*

Material	Temperatur Hidrotermal (°)	d_{spacing} (Å)
grafit	-	3.36
grafit oksida	-	7.46
<i>Graphene</i>	190	3,67
	200	3,71
	210	3,65

Berdasarkan **Tabel 4.1** terlihat bahwa terjadi peningkatan jarak layer dari grafit menjadi grafit oksida. Hal ini disebabkan oleh terbentuknya gugus fungsional oksigen akibat oksidasi grafit serta peningkatan kadar air saat pembentukan grafit oksida (Pradita, 2015)..

Namun setelah terbentuknya *graphene*, terjadi penurunan jarak antar layer namun tidak sekecil nilai jarak antar layer grafit. Hal ini menandakan bahwa proses reduksi grafit oksida telah berhasil namun masih terdapat sedikit gugus fungsional oksigen yang tersisa pada *graphene*.

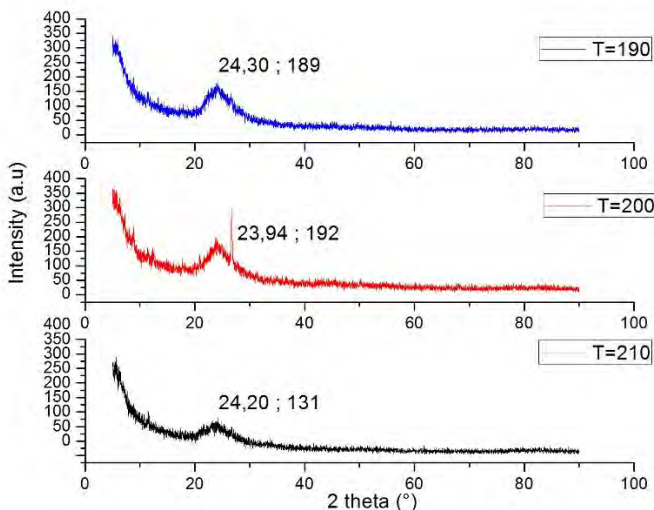
Untuk mengetahui perbandingan pola XRD pada *graphene* yang sudah tereduksi dengan pemberian variasi temperatur hidrotermal maka diplot grafik XRD pada **Gambar 4.2**. Terdapat perbedaan puncak pada 2θ dan intensitas pada setiap perubahan temperatur hidrotermal. *Graphene* dengan temperatur hidrotermal 190° C memiliki puncak pada $2\theta = 24,30^\circ$ dengan intensitas 189. Pada temperatur 200° C memiliki puncak pada $2\theta = 23,94^\circ$ dan intensitas pada 192. Selain itu terdapat adanya pengotor pada puncak pada $2\theta = 26,69^\circ$. Hal ini menandakan bahwa proses



Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal Terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*

reduksi tidak terjadi secara sempurna. Sedangkan pada temperatur hidrotermal 210° C memiliki puncak pada $2\theta = 24,20^\circ$ dengan intensitas 131.



Gambar 4.2 grafik XRD variasi temperatur hidrotermal 190, 200, dan 210°C

Tingkat intensitas XRD dipengaruhi oleh tingkat kristalinitas material tersebut. Semakin baik nilai kristalinitas, semakin teratur susunan atom materialnya. Dengan semakin teraturnya susunan atom maka elektron akan semakin mudah untuk mengalir yang akan meningkatkan nilai konduktifitas listrik material tersebut. Untuk mengukur nilai konduktifitas listrik digunakan alat Four Point Probe (FPP) yang dijelaskan pada sub bab selanjutnya. Pada **Gambar 4.2**, grafik yang memiliki puncak tertinggi pada 2θ adalah saat pemberian variasi temperatur hidrotermal 200°C dengan intensitas sebesar 192 yang nantinya

Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal Terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*



diharapkan memiliki nilai konduktifitas lebih baik daripada variasi temperatur lainnya.

4.2 Pengujian *Scanning Electron Microscope* (SEM)

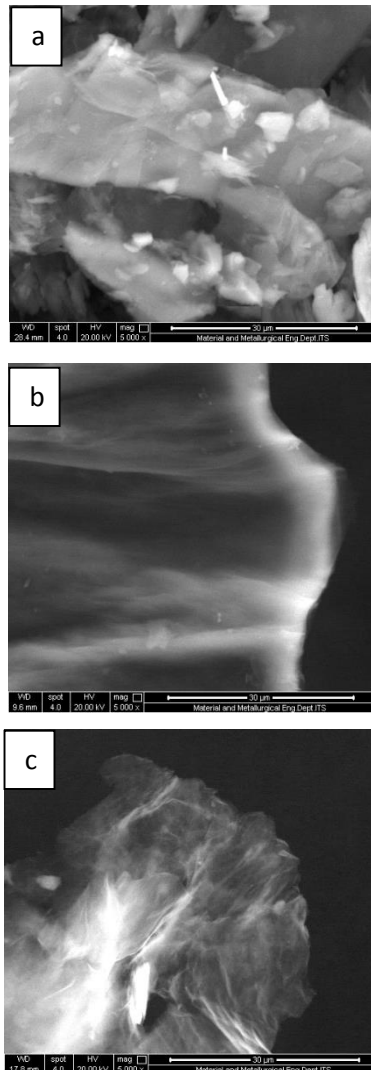
Scanning Electron Microscope merupakan mikroskop elektronik yang dapat mengamati suatu permukaan objek secara langsung. SEM memiliki perbesaran 10 - 3000000x dengan resolusi sebesar 1- 10 nm. Grafit, grafit oksida, *graphene*, dan elektroda *nickel foam* yang sudah didepositkan kedalamnya *graphene* diamati morfologi permukaannya dengan instrumen SEM Inspect S50

Gambar 4.3 menunjukkan morfologi permukaan mulai dari grafit sebagai *raw material*, grafit oksida, dan *graphene*. Grafit memiliki bentuk morfologi *flake* / serpihan tak beraturan pada permukaannya yang ditunjukkan pada **Gambar 4.3a**. Terlihat juga ahwa ketebalannya sangat tidak merata. Ketika dilakukan proses oksidasi menjadi grafit oksida morfologi permukaan nya akan berubah menjadi lembaran tebal yang ditunjukkan pada Gambar 4.3b. Morfologi permukaan grafit oksida mulai kelihatan lembaran tipis yang sedikit transparan. Berbeda dengan morfologi permukaan grafit, grafit oksida lebih kelihatan teratur ketebalannya. Sedangkan ketika direduksi dengan agen pereduksi *zinc*, diperoleh lembaran *graphene*. *Graphene* merupakan selembaran tipis transparan yang ditunjukkan pada **Gambar 4.3c**. Morfologi permukaan *graphene* yang ditunjukkan **Gambar 4.3c** hampir mirip dengan morfologi grafit oksida, namun terlihat lembaran *graphene* lebih tipis dibanding dengan grafit oksida.



Laporan Tugas Akhir

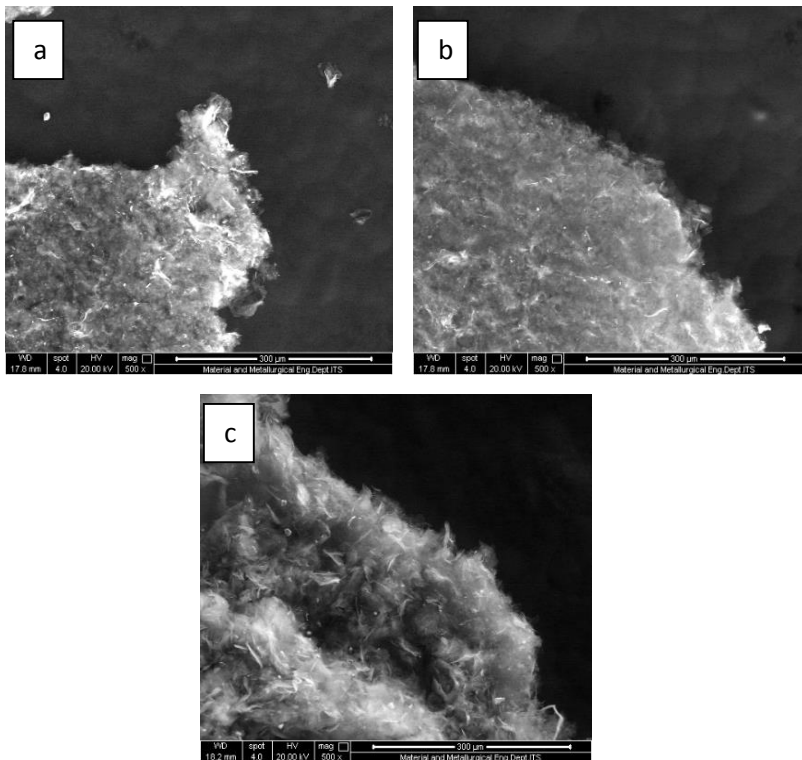
Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal Terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*



Gambar 4.3 Morfologi Hasil SEM (a) Grafit
(b) Grafit Oksida (c) *Graphene* Perbesaran
5000x

Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal Terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*



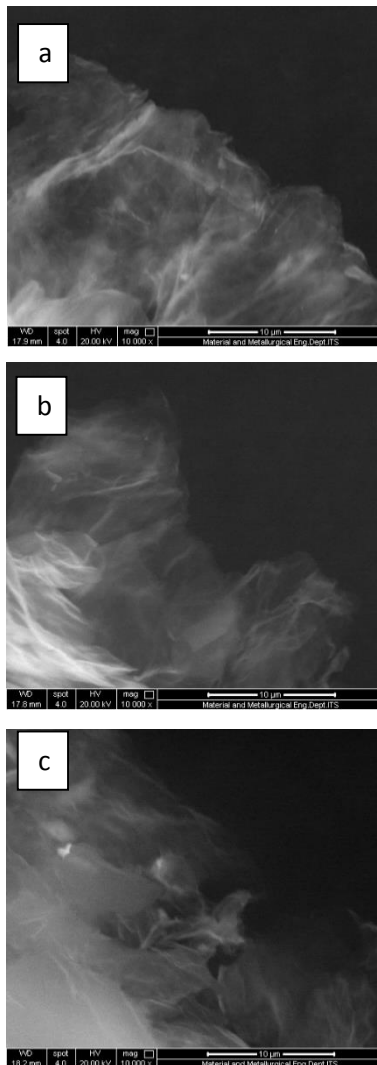
Gambar 4.4 Perbandingan morfologi *graphene* SEM dengan temperatur hidrotermal (a)190, (b)200, dan (c)210°C perbesaran 500x

Gambar 4.4 menunjukkan perbandingan hasil SEM dengan pemberian temperatur hidrotermal 190, 200, dan 210 °C dengan perbesaran 500x . Tampak bahwa *graphene* berbentuk lembaran tipis transparan. Untuk menganalisa *graphene* lebih jelas digunakan perbesaran 10000x yang ditunjukkan pada **Gambar 4.5**.



Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal Terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*



Gambar 4.5 Perbandingan SEM morfologi *graphene* dengan temperatur hidrotermal (a)190, (b)200, dan (c)210°C

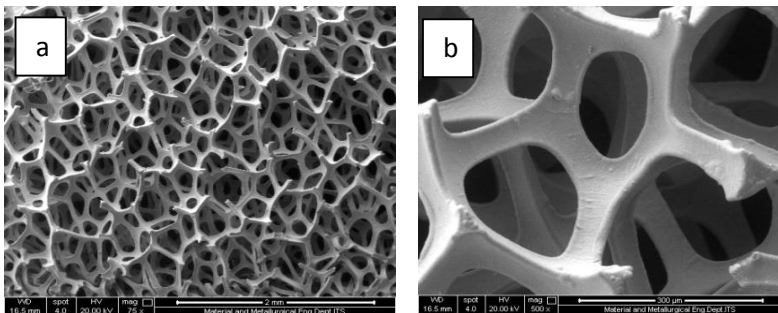
Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal Terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*



Gambar 4.5 menunjukkan perbandingan morfologi permukaan *graphene* dengan variasi temperatur hidrotermal 190, 200, dan 210°C. Pada temperatur 190°C terdapat lembaran tipis namun ketebalan lembaran nya tidak merata sehingga terdapat lembaran tipis dan lembaran yang tebal secara acak. Dengan menggunakan temperatur 200°C didapat hasil morfologi *graphene* dengan lembaran bertumpuk yang lebih tipis dari temperatur 190°C dan memiliki ketebalan hampir merata disetiap sisi *graphene* nya. Sementara dengan pemberian temperatur 210°C menghasilkan hasil lembaran yang ketebalannya sangat acak dan tidak merata serta memiliki ketebalan yang lebih dari pada rGO dengan temperatur hidrotermal lain nya.

Setelah mendapatkan *graphene* dengan variasi temperatur hidrotermal yang diinginkan, *graphene* didepositkan kedalam *nickel foam* yang berongga. Pengujian SEM pada elektroda *nickel foam* bertujuan untuk melihat persebaran *graphene* yang didepositkan ke dalam rongga *nickel foam* tersebut.



Gambar 4.6 Hasil SEM dari *nickel foam* (a) perbesaran 75x (b) perbesaran 500x

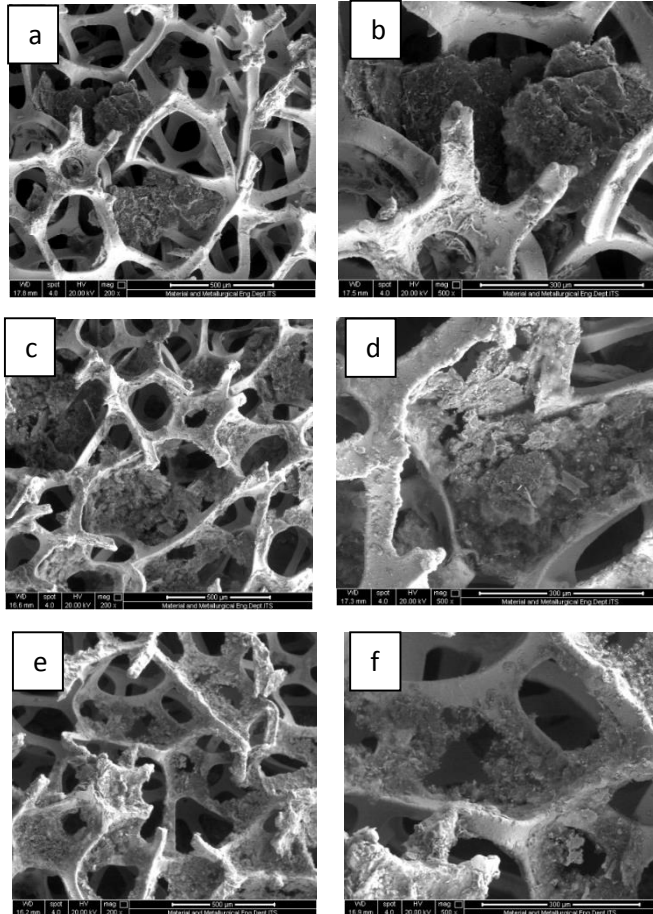
Gambar 4.6 menunjukkan hasil SEM dari *nickel foam* yang berbentuk rongga. Bentuk sponge / rongga yang dimiliki oleh *nickel foam* sangat membantu dalam mengumpulkan arus serta



Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal Terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*

mempermudah jalannya elektrolit. Bentuk nya yang memiliki *porous* juga akan meningkatkan luas area kontak elektrolit.



Gambar 4.7 Hasil SEM *image graphene* yang didepositkan ke dalam *nickel foam* variasi temperatur (a-b) 190 °C (c-d) 200 °C (e-f) 200°C

Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal Terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*



Ketika *graphene* dicampur dengan akuades akan menghasilkan larutan *graphene* yang didepositkan kedalam *porous nickel foam*, dapat dilihat pada **Gambar 4.7**.

Berdasarkan **Gambar 4.7** terlihat bahwa *graphene* telah berhasil didepositkan ke dalam *nickel foam* di semua variasi temperatur hidrotermal. Berbeda dengan **Gambar 4.6** yang merupakan *nickel foam* polos, **Gambar 4.7** menunjukkan lembaran-lembaran *graphene* menempel pada *porous nickel foam*.

4.3 Pengujian *Four Point Probe* (FPP)

Four Point Probe merupakan alat pengujian elektrik yang bertujuan untuk menentukan nilai resistivitas sat sampel baik material berupa padatan maupn lembaran. Pada penelitian ini FPP digunakan sebagai data penunjang data kapasitansi yang dibahas pada subbab berikutnya. Material *graphene* disusun pada *scotch tape* 1 x 1 cm hingga menutupi seluruh permukaan *scotch tape*. Kemudian rangkaian disusun seperti **Gambar 3.13** dimana sumber tegangan, amperemeter, dan sampel disusun secara seri, sementara voltmeter dihubungkan secara paralel pada sampel. Pada **tabel 4.2** disajikan nilai konduktifitas sampel *graphene* terhadap variasi temperatur hidrotermal berasarkan hasil penelitian FPP.

Perhitungan nilai konduktifitas menggunakan persamaan 3.7 dan 3.8. Berdasarkan **Tabel 4.2** diperoleh nilai konduktifitas terbesar adalah pada saat pemberian temperatur hidrotermal 200°C dengan nilai konduktifitas sebesar 4,04 S/m diikuti dengan temperatur 190°C dengan nilai konduktifitas sebesar 3,75 S/m dan temperatur 210°C dengan nilai konduktifitas 3,28 S/m. Hal ini mendukung hasil XRD dimana pemberian temperatur hidrotermal 200°C memiliki intensitas terbesar diikuti oleh temperatur 190 dan 210°C.



Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal Terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*

Tabel 4.2 Nilai konduktifitas sampel graphene hasil pengujian FPP

Temperatur hidrotermal (°C)	Tebal rata-rata (cm)	Tegangan Output (V)	Resistivitas (Ωcm)	Konduktifitas (S/cm)
190	0,028	0,42	0,27	3,75
200	0,028	0,39	0,25	4,04
210	0,028	0,48	0,3	3,28

Hasil pengujian FPP ini juga mempengaruhi nilai kapasitansi hasil uji CV karena adanya perbedaan konduktifitas setiap perbedaan temperatur hidrotermal. Uji CV dibahas di subbab selanjutnya.

4.4 Pengujian *Cyclic Voltammetry* (CV)

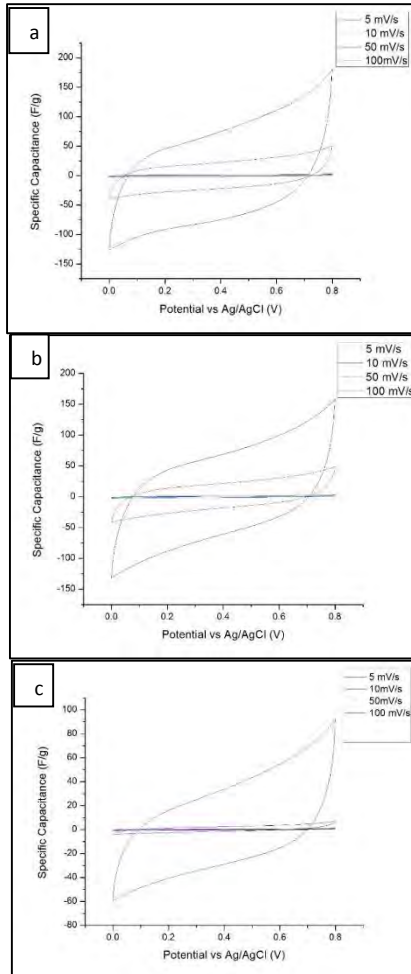
Pengujian *Cyclic Voltammetry* dilakukan untuk mengetahui nilai kapasitansi elektroda *graphene*, dimana *graphene* didepositkan ke dalam *nickel foam* yang berfungsi sebagai *current collector*. Instrumen yang digunakan dalam pengujian *Cyclic Voltammetry* ini adalah AUTOLAB PG STAT 302 METHROM, dengan *counter electrode* Pt 99.999% dan *reference electrode* Ag/AgCl. *Graphene* dengan perlakuan temperatur hidrotermal yang sudah didepositkan ke dalam *nickel foam* polos diuji dengan instrumen CV dan menghasilkan kurva yang ketika diplot terbentuk grafik dimana sumbu Y menunjukkan arus yang masuk dan keluar dan sumbu X menunjukkan potensial elektroda yang diaplikasikan. Grafik terlihat membentuk siklus yang berulang.

Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal Terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*



Gambar 4.8 menunjukkan kurva *Potential* Ag/AgCl (V) vs *Specific Capacitance* (F/g).



Gambar 4.8 Kurva *Potential* (V) vs *Specific Capacitance* (F/g) Temperatur Hidrotermal (a) 190°C (b) 200°C (c) 210°C



Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal Terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*

Ketiga kurva hasil pengujian CV diatas memiliki karakteristik bentuk yang hampir sama yaitu memiliki bentuk mendekati *rectangular* / persegi panjang *rectangular* yang menandakan sifat EDLC ideal. Untuk mendapatkan nilai kapasitansi menggunakan persamaan 3.3 dengan bantuan perhitungan menggunakan *software* origin yang nantinya akan dibandingkan setiap nilai kapasitansi terhadap perlakuan *scan rate* yang berbeda-beda. Nilai kapasitansi terbesar yang didapat adalah pada saat pemberian *scan rate* 5mV/s dengan nilai kapasitansi sebesar 96,40 F/g. Nilai kapasitansi terbesar yang didapat adalah 107 F/g. Nilai kapasitansi dengan temperatur 200°C ternyata lebih besar dari nilai kapasitansi elektroda *graphene-nickel foam* dengan temperatur hidrotermal 190°C. Sementara elektroda *graphene-nickel foam* dengan pemberian perlakuan hidrotermal dengan temperatur 210°C dan memiliki nilai kapasitansi paling kecil dibanding dengan perlakuan hidrotemal yang lain yaitu sebesar 46,62. Nilai kapasitansi dengan pemberian scan rate yang berbeda-beda dapat dilihat pada **Tabel 4.3** dibawah.

Pada saat pengujian CV specimen diberi perlakuan *scan rate* yang berbeda-beda yaitu 5mV/s, 10mV/s, 50 mV/s, dan 100mV/s. Pemberian perlakuan *scan rate* yang berbeda-beda bertujuan untuk mengetahui pengaruh *scan rate* terhadap nilai kapasitansi yang didapatkan.

Scan rate sangat mempengaruhi bentuk kurva dan nilai spesifik kapasitansi. Nilai spesifik kapasitansi meningkat seiring dengan penurunan *scan rate*. Hal tersebut disimpulkan berdasarkan **Tabel 4.3** yang disajikan dibawah.

Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal Terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*



Tabel 4.3 Nilai kapasitansi ke tiga elektroda *graphene-nickel foam* dengan scan rate yang berbeda-beda

Sampel	Temperatur Hidrotermal (°C)	Scan rate (V/s)	Kapasitansi Spesifik (F/g)
1	190	0.005	96.4
		0.01	29.6
		0.05	1.75
		0.1	0.39
2	200	0.005	107.32
		0.01	32.57
		0.05	1.8
		0.1	0.51
3	210	0.005	46.62
		0.01	4.47
		0.05	0.9
		0.1	0.25

Efek ini disebabkan oleh ketika pemberian scan rate yang rendah maka laju pemberian tegangan menjadi lambat sehingga ion-ion yang terdisosiasi dari larutan elektrolit akan dapat berdifusi masuk ke dalam *porous nickel foam* membentuk *double layer*. Sedangkan dengan pemberian *scan rate* yang cepat akan membutuhkan waktu yang singkat untuk ion-ion elektrolit untuk berdifusi ke dalam elektroda *graphene-nickel foam*. Sebagai perbandingan, dengan pemberian rentang potensial kerja sebesar 0.8 Volt (800 mV) dan scan rate sebesar 5 mV/s akan membutuhkan waktu 160 detik untuk melakukan difusi ion-ion ke

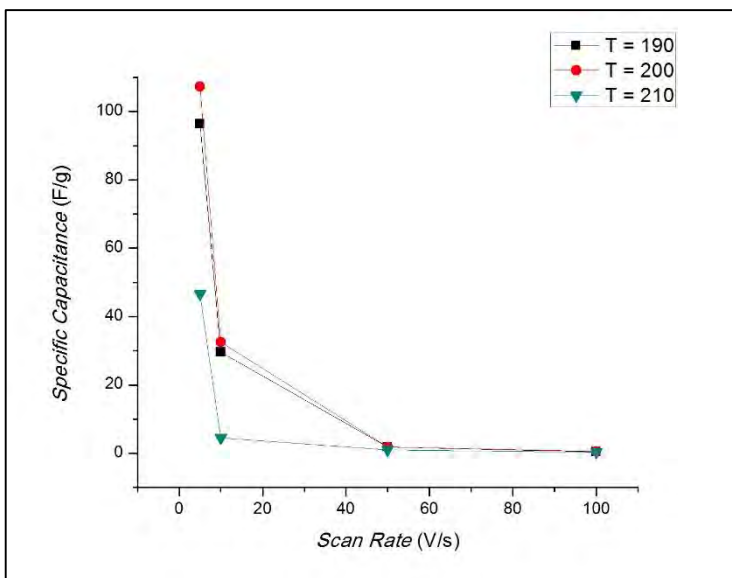


Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal Terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*

dalam elektroda secara sempurna. Dengan *scan rate* sebesar 100 mV/s , maka hanya dibutuhkan waktu selama 8 detik bagi ion-ion elektrolit untuk berdifusi secara sempurna. Jadi jelas terlihat perbedaan waktu untuk ion-ion berdifusi dengan pemberian *scan rate* yang kecil dan *scan rate* yang besar. Waktu yang lama dalam berdifusi akan meningkatkan nilai kapasitansi. Itulah sebabnya dengan semakin kecil *scan rate* maka akan meningkatkan nilai kapasitansi.

Dengan mem-plot data *scan rate* dan nilai kapasitansi dengan bentuk grafik ulang disajikan pada **Gambar 4.9** dibawah kita dapat mengamati *trend* pengaruh *scan rate* terhadap nilai kapasitansi spesifik.



Gambar 4.9 Pengaruh *scan rate* terhadap nilai kapasitansi elektroda uji

Laporan Tugas Akhir

Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal Terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*



Dari semua sampel yang diuji didapatkan nilai dengan kapasitansi terbesar adalah sampel *graphene* yang di berikan temperatur hidrotermal 200°C dengan nilai sebesar 107,32 F/g. Hal ini didukung dengan hasil uji XRD dimana *graphene* dengan temperatur hidrotermal 200°C memiliki intensitas lebih besar dibanding dengan temperatur hidrotemal yang lain. Dimana intensitas XRD mempengaruhi sifat kristalinitas material, dimana semakin baik kristalinitas material maka semakin baik pula konduktifitas material tersebut yang juga terbukti dengan hasil uji FPP dimana nilai dengan konduktifitas terbesar diperoleh oleh *graphene* dengan perlakuan temperatur hidrotermal 200°C dengan nilai konduktifitas sebesar 4,04 S/cm. Selain itu hasil SEM menunjukkan bahwa *graphene* dengan temperatur hidrotemal memiliki morfologi permukaan yang lebih tipis sehingga meningkatkan nilai kapasitansi dari kapasitor tersebut.

Jika dibandingkan dengan penelitian sebelumnya terkait dengan *graphene* nilai kapasitansi yang diperoleh pada penelitian ini lebih besar dibanding dengan hasil penelitian Hongwei dkk (2015) melaporkan penggunaan *graphene* sebagai elektroda EDLC dengan metode spray drying. Dari penelitiannya dihasilkan elektroda *graphene* dengan kapasitansi spesifik sebesar 72 F/g. Namun masih dibawah nilai kapasitansi yang diperoleh dari penelitian (Shao dkk, 2010) yang memperoleh kapasitansi spesifik sebesar 175 F/g.

Selain perhitungan kapasitansi spesifik kita juga dapat menentukan *specific energy* dan *specific power* untuk mengetahui apakah nilai kapasitansi yang diperoleh dapat dimasukkan ke dalam *Electrochemical capacitor* / superkapasitor dengan membandingkannya ke dalam sketsa plot ragone pada **Gambar 2.5**. Hasil *specific energy* dan *specific power* dapat dilihat pada **Tabel 4.4**.



Laporan Tugas Akhir
Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal Terhadap
Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*

Tabel 4.4. Nilai *specific energy* dan *specific power*

Sampel <i>Nickel Foam-Graphene</i>	S.R. (V/s)	C (F/g)	E(Wh/g)	(W/kg)
hidrotermal T=190	0,005	96,4	8,567	203,98
	0,01	29,6	2,63	236,99
	0,05	1,75	0,155	368,55
	0,1	0,39	0,035	1642,68
hidrotermal T=200	0,005	107	9,538	227,09
	0,01	32,57	2,894	260,77
	0,05	1,8	0,16	379,08
	0,1	0,51	0,045	2148,12
hidrotermal T=210	0,005	46,62	4,143	98,64
	0,01	4,47	0,397	105,78
	0,05	0,9	0,08	189,54
	0,1	0,25	0,022	1053

Berdasarkan **Tabel 4.4** diperoleh nilai *specific energy* dan *specific power* yang memenuhi kriteria sebagai superkapasitor / *Electrochemical capacitor* karena nilai *specific energy* dan *specific power* mencakup luas sketsa plot Ragone untuk superkapasitor.

BAB V

KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

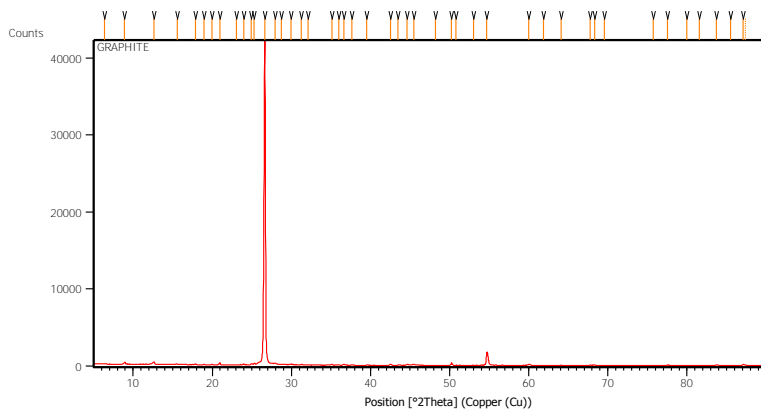
Graphene berhasil disintesis dari *raw material* grafit dengan menggunakan metode Hummer dan di reduksi dengan agen pereduksi yaitu *Zinc* dan dilanjutkan dengan proses *hydrothermal* dengan menggunakan variasi temperatur hidrotermal 190°C, 200°C, dan 210°C. *Graphene* yang sudah diperoleh kemudian didepostkan ke dalam *nickel foam* untuk mendapatkan nilai kapasitansi nya. Dari pengujian CV diperoleh nilai dengan kapasitansi terbesar adalah dengan pemberian perlakuan hidrotermal dengan temperatur 200°C dengan nilai kapasitansi sebesar 107 F/g dengan scan rate 5 mV/s. Ternyata *scan rate* juga mempengaruhi nilai dari spesifik kapasitansi. Semakin kecil nilai *scan rate*, maka semakin besar nilai kapasitansi yang diperoleh. Hasil juga didukung oleh pengujian XRD, dimana *graphene* dengan temperatur hidrotermal 200°C memiliki intensitas yang lebih tinggi dibanding dengan perlakuan temperatur hidrotermal lainnya. Selain itu nilai FPP sampel *graphene* dengan temperatur hidrotermal 200°C juga memiliki konduktifitas terbaik disbanding dengan sampel lainnya dengan konduktifitas sebesar 4,04 S/cm.

5.2 Saran

1. Setelah proses ultrasonikasi sebaiknya sampel *nickel foam* yang sudah didepositkan *graphene* didalamnya dibiarkan 1 sampai 2 hari sebelum di *drying* agar nantinya *graphene* yang ada didalam *nickel foam* tidak mudah rontok.

LAMPIRAN

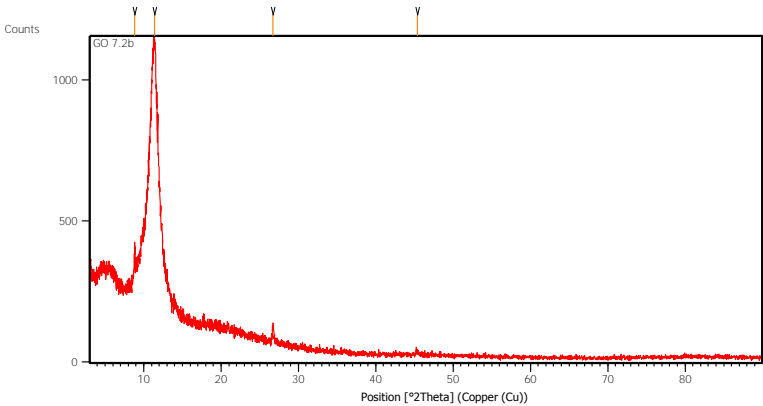
Lampiran 1: Grafik dan Daftar Puncak XRD Grafit



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.1582	153.70	0.2676	14.35240	0.44
8.7679	215.93	0.1004	10.08560	0.62
12.4390	291.00	0.0669	7.11604	0.84
17.6663	91.73	0.1673	5.02049	0.26
18.7254	50.59	0.1338	4.73888	0.15
19.8322	54.39	0.2676	4.47684	0.16
20.7973	195.29	0.1171	4.27122	0.56
22.0286	28.83	0.2007	4.03518	0.08
22.8390	41.33	0.1004	3.89380	0.12
23.8391	110.35	0.1338	3.73266	0.32
24.7638	133.51	0.1004	3.59535	0.38
25.1322	184.55	0.1338	3.54347	0.53
25.6600	257.35	0.2007	3.47177	0.74
26.4591	34796.6	0.1673	3.36870	100.00
	4			
27.8284	197.66	0.1338	3.20598	0.57

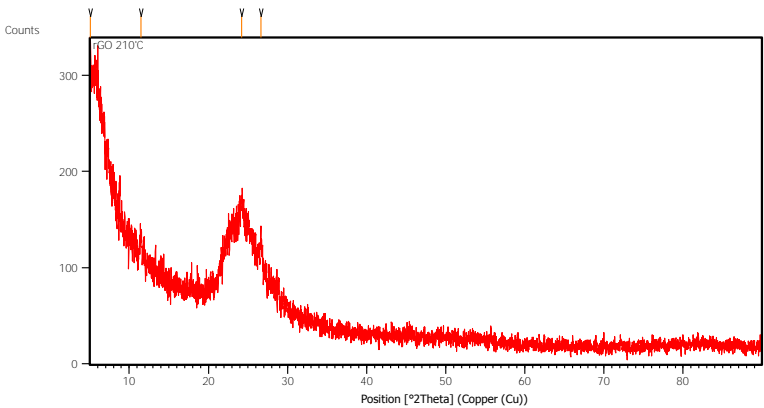
28.5352	192.36	0.1338	3.12816	0.55
29.8174	79.35	0.2007	2.99649	0.23
31.5676	31.41	0.8029	2.83425	0.09
35.0125	63.11	0.1338	2.56287	0.18
35.8526	18.43	0.2007	2.50472	0.05
36.4692	83.14	0.2007	2.46378	0.24
37.5400	27.30	0.3346	2.39593	0.08
39.4238	48.04	0.1338	2.28568	0.14
40.1981	27.18	0.1004	2.24342	0.08
42.3214	81.25	0.2342	2.13565	0.23
44.5086	105.69	0.1673	2.03565	0.30
45.3440	95.32	0.2007	2.00007	0.27
47.7422	18.93	0.2007	1.90505	0.05
50.0456	85.41	0.0669	1.82264	0.25
54.5753	1607.20	0.1020	1.68019	4.62
54.7294	1020.98	0.0816	1.67999	2.93
59.8862	115.77	0.1020	1.54325	0.33
67.6680	34.21	0.1632	1.38347	0.10
68.1948	30.87	0.2448	1.37406	0.09
75.7491	14.78	0.4896	1.25469	0.04
77.5079	23.62	0.4896	1.23055	0.07
79.8829	16.45	0.4080	1.19983	0.05
81.4658	16.82	0.4896	1.18047	0.05
83.5763	57.88	0.1632	1.15595	0.17
85.5025	13.53	0.8160	1.13477	0.04
86.9990	210.93	0.0816	1.11905	0.61
87.2739	100.64	0.1020	1.11901	0.29

Lampiran 2: Grafik dan Daftar Puncak XRD Grafit Oksida



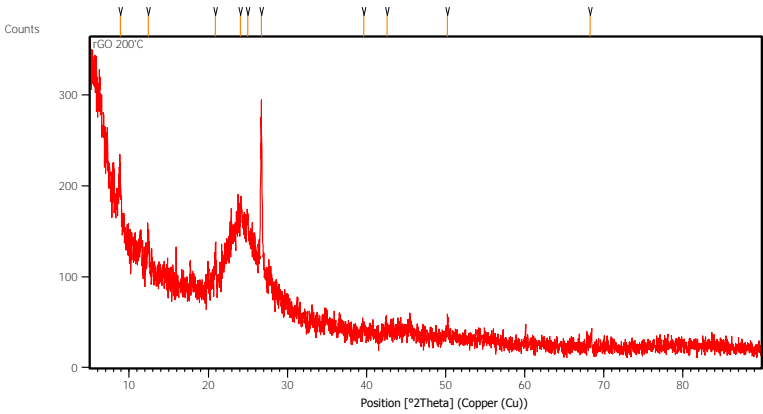
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
11.8570	381.21	1.1424	7.45783	100.00

**Lampiran 3: Grafik dan Daftar Puncak Graphene
Temperatur Hidrotermal = 190°C**



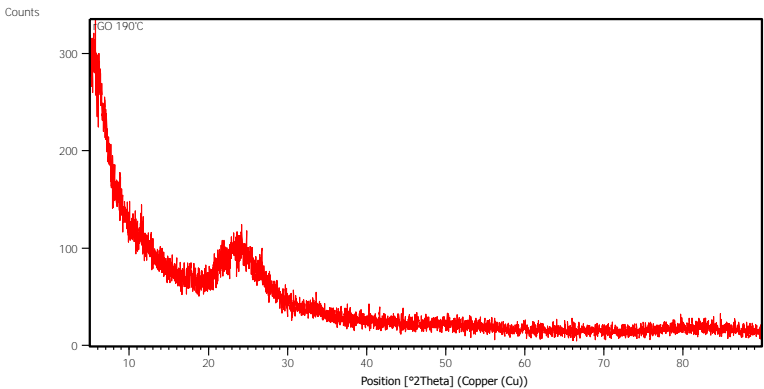
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.1107	58.54	0.2007	17.29158	100.00
11.4872	26.54	0.2676	7.70342	45.33
24.1934	45.67	0.4015	3.67880	78.00
26.6233	28.48	0.4015	3.34829	48.65

**Lampiran 4: Grafik dan Daftar Puncak XRD Graphene
Temperatur Hidrotermal = 200°C**



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
8.8824	47.58	0.2342	9.95579	24.66
12.4156	30.38	0.2676	7.12939	15.74
20.9216	43.18	0.1338	4.24612	22.38
24.0349	41.78	0.5353	3.70270	21.65
24.9909	48.43	0.2007	3.56318	25.10
26.6997	192.96	0.1004	3.33889	100.00
39.6456	8.36	0.4015	2.27340	4.33
42.6184	6.60	0.8029	2.12145	3.42
50.2382	12.16	0.4015	1.81610	6.30
68.2257	6.10	0.6691	1.37465	3.16

**Lampiran 5: Grafik dan Daftar Puncak XRD Graphene
Temperatur Hidrotermal = 210°C**



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
11.4877	22.41	0.2676	7.70311	81.40
18.1260	9.85	0.4015	4.89420	35.80
22.9874	27.53	0.2007	3.86899	100.00
26.6246	12.03	0.4015	3.34813	43.71

Lampiran 5 : Hasil CV Temperatur Hidrotermal 190°C

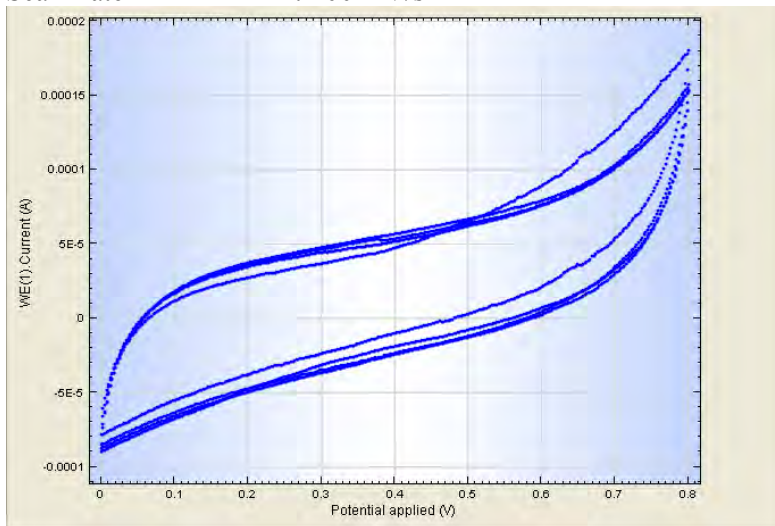
Hasil Analisa Cyclic Voltametry – Potensiostat Autolab (PGSTAT302N)

Nama Sampel : Graphene 190°C

Larutan elektrolit : Na_2SO_4

Voltase : 0.0 – 0.8 V

Scan Rate : 100 mV/s



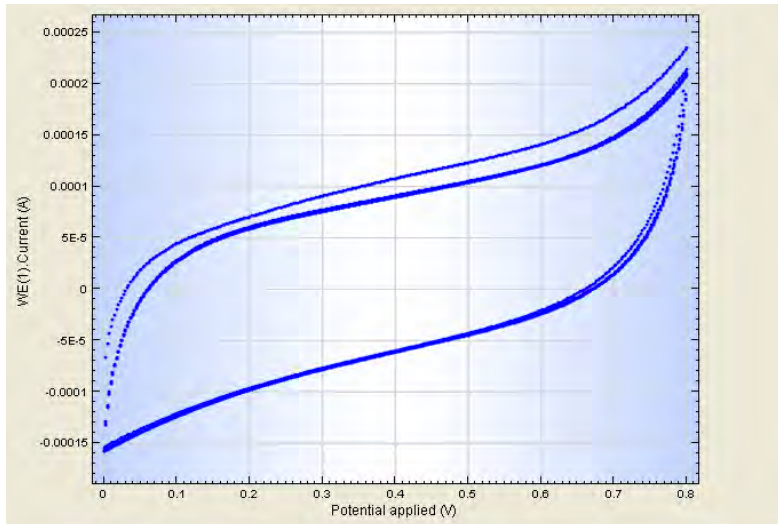
Hasil Analisa Cyclic Voltametry – Potensiostat Autolab (PGSTAT302N)

Nama Sampel : Graphene 190°C

Larutan elektrolit : Na_2SO_4

Voltase : 0.0 – 0.8 V

Scan Rate : 50 mV/s



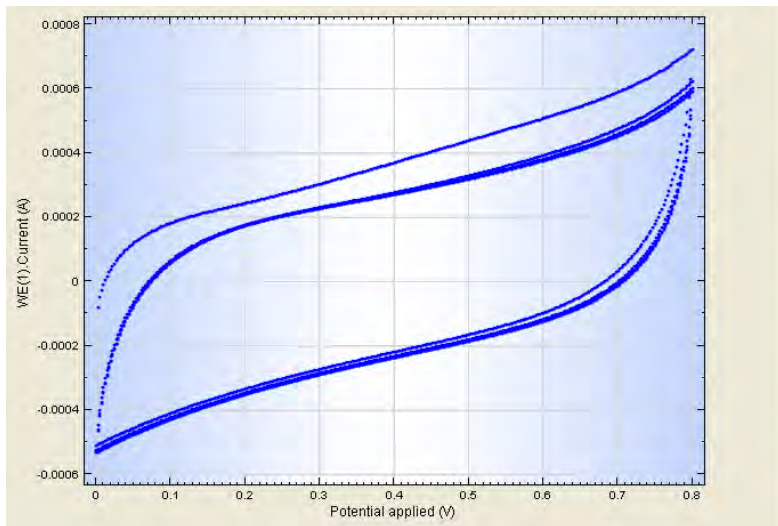
Hasil Analisa Cyclic Voltametry – Potensiostat Autolab (PGSTAT302N)

Nama Sampel : Graphene 190°C

Larutan elektrolit : Na_2SO_4

Voltase : 0.0 – 0.8 V

Scan Rate : 10 mV/s



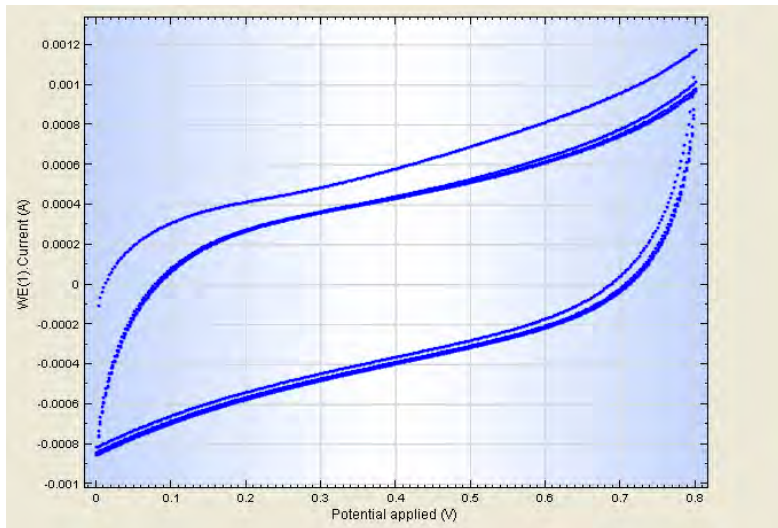
Hasil Analisa Cyclic Voltametry – Potensiostat Autolab (PGSTAT302N)

Nama Sampel : Graphene 190°C

Larutan elektrolit : Na_2SO_4

Voltase : 0.0 – 0.8 V

Scan Rate : 5 mV/s



Lampiran 6 : Hasil CV Temperatur Hidrotermal 200°C

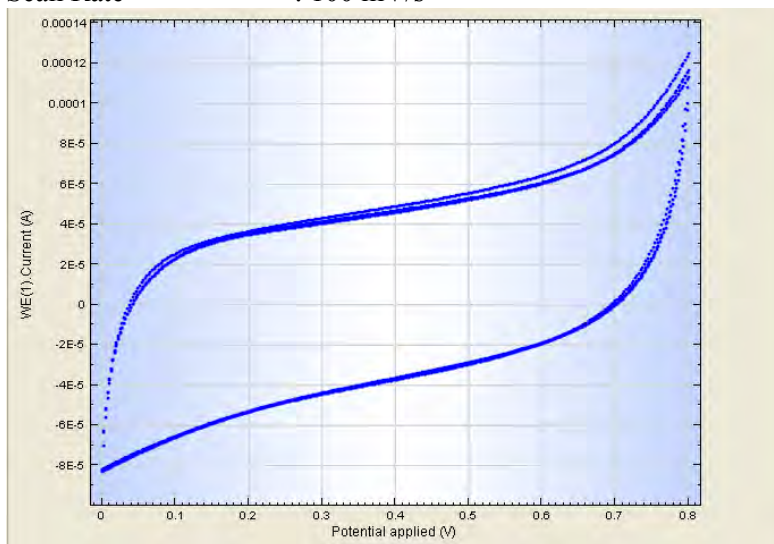
Hasil Analisa Cyclic Voltametry – Potensiostat Autolab (PGSTAT302N)

Nama Sampel : Graphene 200 C

Larutan elektrolit : Na_2SO_4

Voltase : 0.0 – 0.8 V

Scan Rate : 100 mV/s



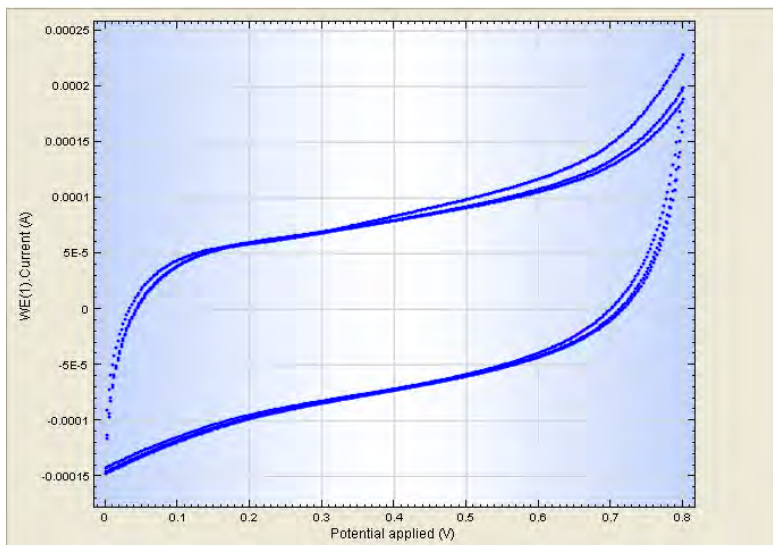
Hasil Analisa Cyclic Voltametry – Potensiostat Autolab (PGSTAT302N)

Nama Sampel : Graphene 200 C

Larutan elektrolit : Na_2SO_4

Voltase : 0.0 – 0.8 V

Scan Rate : 50 mV/s



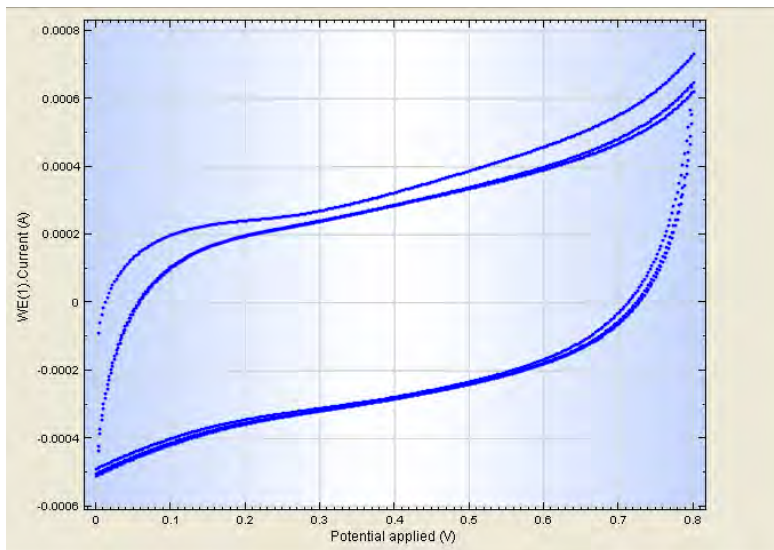
Hasil Analisa Cyclic Voltametry – Potensiostat Autolab (PGSTAT302N)

Nama Sampel : Graphene 200 C

Larutan elektrolit : Na_2SO_4

Voltase : 0.0 – 0.8 V

Scan Rate : 10 mV/s



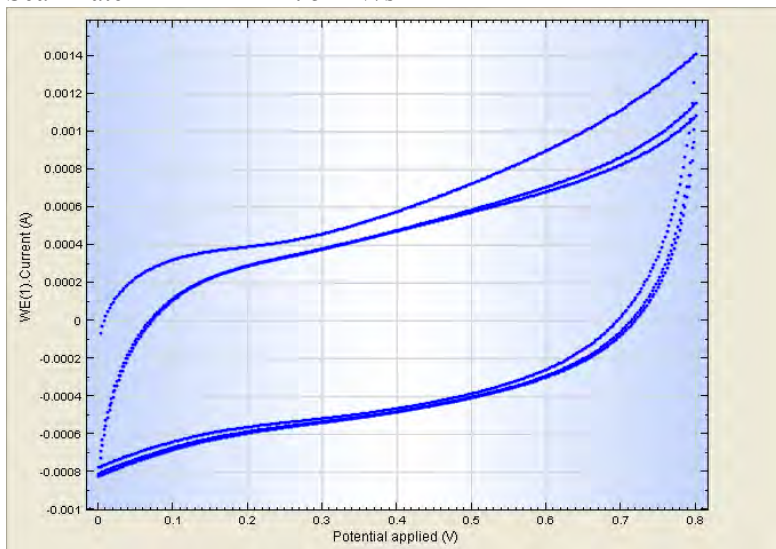
Hasil Analisa Cyclic Voltametry – Potensiostat Autolab (PGSTAT302N)

Nama Sampel : Graphene 200 C

Larutan elektrolit : Na_2SO_4

Voltase : 0.0 – 0.8 V

Scan Rate : 5 mV/s



Lampiran 7 : Hasil CV Temperatur Hidrotermal 210°C

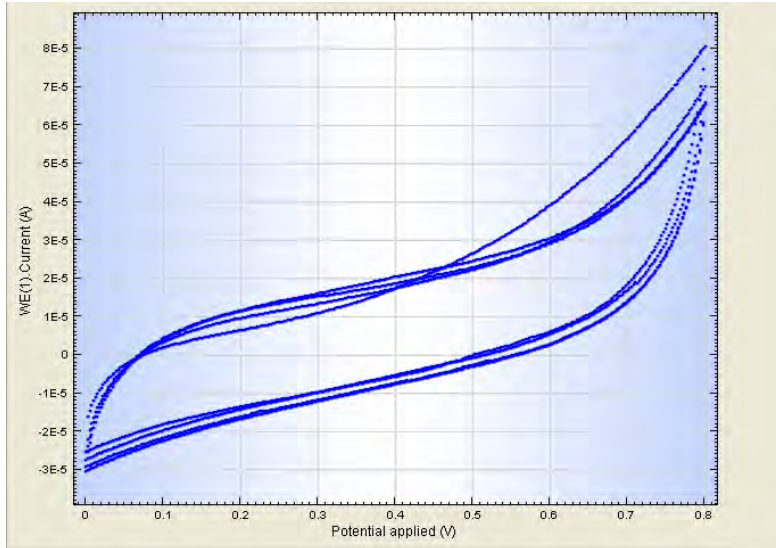
Hasil Analisa Cyclic Voltametry – Potensiostat Autolab (PGSTAT302N)

Nama Sampel : Graphene 210°C

Larutan elektrolit : Na_2SO_4

Voltase : 0.0 – 0.8 V

Scan Rate : 100 mV/s



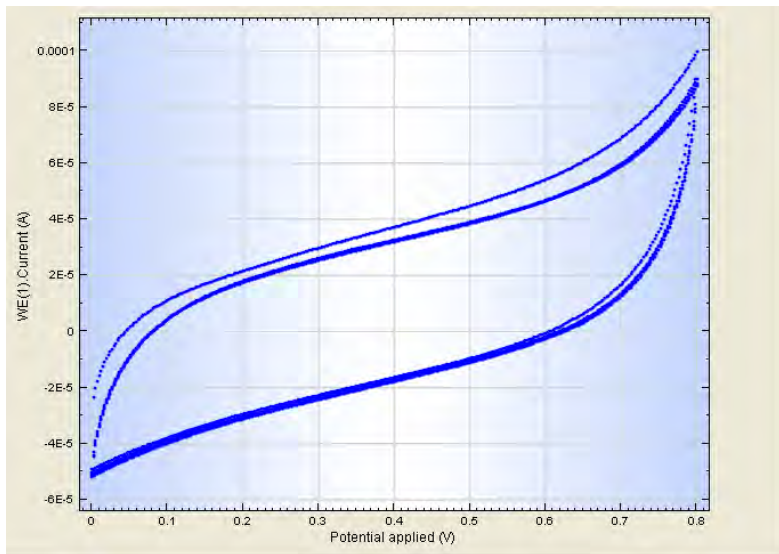
Hasil Analisa Cyclic Voltametry – Potensiostat Autolab (PGSTAT302N)

Nama Sampel : Graphene 210°C

Larutan elektrolit : Na_2SO_4

Voltase : 0.0 – 0.8 V

Scan Rate : 50 mV/s



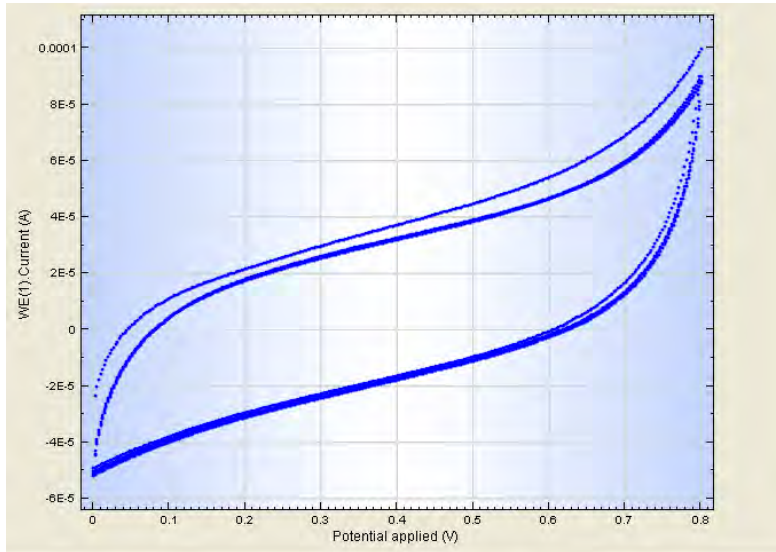
Hasil Analisa Cyclic Voltametry – Potensiostat Autolab (PGSTAT302N)

Nama Sampel : Graphene 210°C

Larutan elektrolit : Na_2SO_4

Voltase : 0.0 – 0.8 V

Scan Rate : 10 mV/s



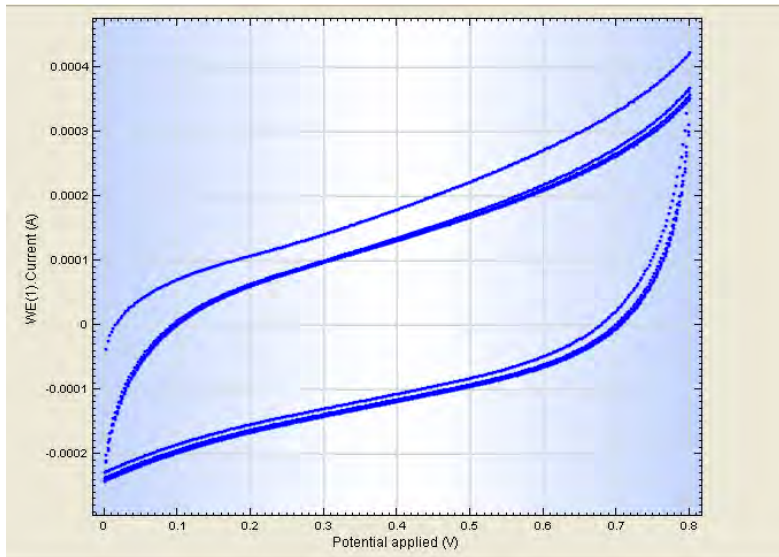
Hasil Analisa Cyclic Voltametry – Potensiostat Autolab (PGSTAT302N)

Nama Sampel : Graphene 210°C

Larutan elektrolit : Na_2SO_4

Voltase : 0.0 – 0.8 V

Scan Rate : 5 mV/s



DAFTAR PUSTAKA

- Basu, S. dan P. Bhattacharyya. 2012. "Recent developments on graphene and graphene oxide based solid state gas sensors". **Sensors and Actuators B** 173: 1-21
- Byrappa, K. Y., Masahiro. 2001. "*Handbook of Hydrothermal Technology A Technology for Crystal Growth and Materials Processing.*" Norwich, New York, U.S.A: William Andrew Publishing.
- Conway, B.E. 1999. "**Electrochemical Supercapacitors. Scientific Fundamentals and Technological Applications.**" New York, U.S.A: Kluwer Academics/Plenum Publishers.
- Daniel R. Dreyer, Sungjin Park, Christopher W. Bielawski dan Rodney S. Ruoff. October 2009
- Dey, R. S., Saumen Hajra, Ranjan K. Sahu, C, Retna Raj, dan M. K. Panigrahi. January 2012. "A rapid room temperature chemical route for the synthesis of graphene: metal-mediated reduction of graphene oxide". **Chemistry Communication** 48: 1787-1789
- Frackowiak, E., F. Beguin, 2001. "Carbon materials for the electrochemical storage of energy in capacitors." **Carbon** 39: 937–950. "The Chemistry of Graphene Oxide". **Chemical Society Review** 39: 228-240
- Haniffudin N., Susanti Diah. (2014). *Pengaruh Temperatur Hidrotermal dan Waktu Ultrasonikasi Terhadap Nilai Kapasitansi Elektroda Electric Double Layer Capacitor (EDLC) dari Material Grafena.* Surabaya: Tesis, ITS
- Huynh Ngoc Tien, Van Hoang Luan, Tae Kyu Lee, Byung-Seon Kong, Jin Suk Chung, Eui Jung Kim, dan Seung Hyun Hur. September 2012. "Enhanced solvothermal reduction of graphene oxide in a mixed solution of sulfuric acid and organic solvent". **Chemical Engineering Journal** 211-212: 97-103

- Ilhami, R, dan Susanti,D. 2014. “*Pengaruh massa Zn dan temperatur hydrothermal terhadap struktur dan sifat elektrik material graphene*”. Surabaya: Tugas Akhir, ITS
- Jili Wu, Xiaoping Shen, Lei Jiang, Kun Wang, dan Kangmin Chen. November 2010 “Solvothermal synthesis and characterization of sandwich-like graphene/ZnO nanocomposites”. **Applied Surface Science** 256: 2826-2830
- Kotz R. M., Carlen. 1999. *Principles and applications of electrochemical capacitors*. **Electrochimica Acta** 45: 2483–2498
- Liu, Panbo, Ying Huang, dan Lei Wang. 2013. “*A facile synthesis of reduced graphene oxide with Zn powder under acidic condition*”. **Materials Letters** 91: 125-128
- Mauricio Terrones, Andrés R. Botello-Méndez, Jessica Campos-Delgado, Florentino López-Urías, Yadira I. Vega-Cantú, Fernando J. Rodríguez-Macías, Ana Laura Elías, Emilio Muñoz-Sandoval, Abraham G. Cano-Márquez, Jean-Christophe Charlier, dan Humberto Terrones. August 2010. “Graphene and graphite nanoribbons: Morphology, properties, synthesis, defects and applications”. **Nano Today** 5: 351-372
- Murata America Co. Ltd. 2013. “*High Performance Electrical Double Layer Capacitor.*” **Smyrna**: Murata Electronics
- Owen C. Compton dan Son Binh T. Nguyen. 2010. “Graphene Oxide, Highly Reduced Graphene Oxide, and Graphene: Versatile Building Blocks for Carbon-Based Materials”. **Small Graphene** 6: 711-723
- Pei, Songfeng dan Hui-Ming Cheng. November 2011. “The reduction of graphene oxide”. **Carbon** 50: 3210-3228
- Pradita,J.H., dan Susanti,D. 2015. “*Analisa Pengaruh Massa Zinc dan Jenis Larutan Elektrolit Terhadap Sifat Kapasitif*

- Superkapasitor Berbahan Graphene*". Surabaya: Tugas Akhir, ITS
- Pradesar Y., Susanti D. 2014. Pengaruh Waktu Ultrasonikasi dan Waktu Tahan Proses Hydrothermal Terhadap Struktur Dan Sifat Listrik Material Graphene. Surabaya: Tugas Akhir, ITS.
- Signorelli. R., Daniel, C., Ku., John, G., Kassakian, dan Joel, E., Schindall. J.E. 2009 "*Electrochemical Double-Layer Capacitors Using Carbon Nanotube Electrode Structures.*" **Proceedings of the IEEE** 97. 11: 1837-1847
- Singh, Virendra, Daeha Joung, Lei Zhai, Soumen D., Saiful I. Khondaker, dan Sudipta Seal. 2011. "*Graphene based materials: Past, present, and future*". **Progress in Materials Science** 56: 1178-1271
- Stoller, D.M., Park, S., Zhu, Y., An, J., Ruoff, R.S., 2009. "*Graphene-Based Ultracapacitors.*" **American Chemical Society**. 1155 Sixteenth Street N.W., Washington, DC 20036
- T. Nakajima, A. Mabuchi, dan R. Hagiwara. November 1987. "A new structure model of graphite oxide". **Carbon** 26: 357-361
- Tamá Szabó, Ottó Berkesi, Péter Forgó, Katalin Josepovits, Yiannis Sanakis, Dimitris Petridis, dan Imre Dékány. March 2006. "Evolution of Surface Functional Groups in a Series of Progressively Oxidized Graphite Oxides". **Chemistry of Materials** 18: 2740-2749
- Novoselov, K.S., A.K., Geim, S.V., Morozov, D., Jiang, M.I., Katsnelson, I.V., Grigorieva, S.V., Dubonos, dan A.A.,
- Wu, Tien-Tsai, dan Jyh Ming Ting. 2013. "*Preparation and characteristics of graphene oxide and its thin films*". **Surface and Coating Technology** 231: 487-491

~ halaman ini sengaja dikosongkan ~

BIODATA PENULIS



Penulis yang bernama lengkap Willy Von Allen Berutu lahir di kota Tanjung Balai, tanggal 11 Januari 1995 merupakan putra kedua dari tiga bersaudara Bapak Ruslan Berutu dan Ibu Asima Simarmata. Penulis menempuh pendidikan formalnya di SD Sayuti Melik Tanjung Balai (2000-2002), SD Santo Yosef (2002-2006), SMP Santo Paulus (2006-2009), dan SMA Negeri 1 Sidikalang (2009-2012). Pada tahun 2012, setelah lulus dari SMA, penulis melanjutkan pendidikannya di Jurusan Teknik Material dan Metalurgi FTI ITS. Penulis mengakhiri studi S1-nya dengan mengerjakan Tugas Akhir pada bidang material inovatif. Penulis sempat aktif di beberapa organisasi seperti Himpunan Mahasiswa Teknik Material dan Metalurgi (HMMT). Penulis juga telah melaksanakan Kerja Praktek di PT. Timah Bangka Belitung. Sebagai penutup, penulis di bawah bimbingan dosen Diah Susanti, S.T., M.T, Ph.D., telah menyelesaikan Tugas Akhir dengan Judul “Analisis Pengaruh Temperatur Hidrotermal Terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan *Graphene*”. Penulis dapat dihubungi melalui alamat e-mail dan nomor telepon: broto_willy@yahoo.co.id dan +62 822 7467 0058.

~ halaman ini sengaja dikosongkan ~